

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ GRENOBLE ALPES

Spécialité : MEP : Mécanique des fluides Energétique, Procédés

Arrêté ministériel : 25 mai 2016

Présentée par

Benjamin Turquais

Thèse dirigée par **Laurent DAVOUST**, Professeur des Universités, Université Grenoble Alpes
et co-encadrée par **Jules DELACROIX**, CEA, **Jean-Louis SANS**, CNRS, **Nourdine CHIKHI**, CEA, **Christophe JOURNEAU**, CEA, **Pascal PILUSO**, CEA

préparée au sein du Laboratoire **CEA Cadarache**
dans l'École Doctorale **I-MEP2 - Ingénierie - Matériaux, Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés, Production**

Modélisation et caractérisation de matériaux liquides à très haute température [1500 ; 2500 °C] par induction électromagnétique et pyrroreflectométrie

Modelling and characterization of liquid materials at very high temperature [1500; 2500 °C] by electromagnetic induction and pyroreflectometry

Thèse soutenue publiquement le **9 mai 2022**,
devant le jury composé de :

M. Laurent DAVOUST

PROFESSEUR DES UNIVERSITES, Grenoble INP, Directeur de thèse

Mme Agnès DELMAS

MAITRE DE CONFERENCES HDR, INSA Lyon, Rapporteuse

M. Philippe LE MASSON

PROFESSEUR DES UNIVERSITES, Université Bretagne Sud, Rapporteur

Mme Nadia CANEY

INGENIEUR HDR, CEA Grenoble, Examinatrice

M. Yann BULTEL

PROFESSEUR DES UNIVERSITES, Grenoble INP, Président

M. Marc HIMBERT

PROFESSEUR, CNAM Paris, Examineur



Remerciements

Cette thèse fut un long chemin qui a pu être parcouru grâce à l'implication de nombreuses personnes. Chacun a contribué à ce projet à sa manière et a permis qu'il puisse aboutir avec de beaux résultats présentés dans ce manuscrit.

Je tiens tout d'abord à remercier Laurent Davoust qui a dirigé cette thèse. J'ai particulièrement apprécié tes questions et remarques très pertinentes qui m'ont permis d'avancer et de trouver des solutions à différents problèmes rencontrés. Je te remercie d'avoir supervisé cette thèse et contribué à sa réussite.

Je souhaite remercier tout particulièrement Jean-Louis Sans, expert en pyrorélectométrie et encadrant de ma thèse du côté du laboratoire PROMES sur le four solaire à Odeillo. J'ai découvert cette belle technique de la pyrorélectométrie grâce à toi. Tu as su attiser ma curiosité pour découvrir, creuser et approfondir cette technique qui m'a permis d'effectuer des mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie sur des surfaces liquides. Je me rappelle toutes ces heures passées à PROMES pour prendre en main, régler et étalonner le pyrorélectomètre. Merci à toi pour tout cela.

A présent, je veux aussi remercier mes co-encadrants du CEA Cadarache : Jules Delacroix, Nouridine Chikhi, Christophe Journeau et Pascal Piluso. Vous avez contribué à la réalisation de cette thèse et sans vous ce résultat n'aurait pas pu être atteint. Je veux tout d'abord remercier Jules qui a été présent et disponible dans de nombreux domaines me permettant de soulever régulièrement des points bloquants, notamment sur l'installation. Je tiens à remercier tout particulièrement Nouridine qui a su me booster et entretenir ma motivation tout au long de cette thèse. Je n'oublie pas que tu as grandement contribué à la réalisation de ce projet et j'en suis très reconnaissant. Je souhaite également remercier Christophe pour ses excellents conseils et son expertise dans de nombreux domaines. Je me rappelle de cette visite au LNE-Cnam à Saint-Denis, qui a été à mon sens un des moments les plus importants, et ayant eu un impact considérable sur la deuxième partie de la thèse. Enfin, je veux remercier Pascal pour ses conseils avisés et son expertise en particulier sur les interprétations expérimentales. Tu as aussi su être présent dans les moments plus difficiles.

Je tiens à remercier plus largement tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à cette thèse. Tout d'abord, je pense à Sarah. On a commencé notre thèse en même temps et on s'est soutenu et encouragé jusqu'à la fin. Je veux aussi penser à l'ensemble des collègues du LEAG qui m'ont suivi pendant ma thèse. Je veux nommer Diego, pour m'avoir souvent dépanné sur la baie d'acquisition de VITI et Renaud, pour avoir régulièrement assisté à mes essais, sans oublier Hugo, Mike, Kévin et Adrien. Je souhaite mentionner Abderahmane et Ali dont j'ai eu le privilège d'être leur encadrant de stage. Un grand merci pour votre aide, qui a été précieuse. Je voudrais aussi remercier le chef de laboratoire Christophe Suteau, ainsi que les secrétaires Muriel et Laure. Pour finir, je tiens à remercier les collègues du laboratoire de modélisation le LMAG, et notamment Laurent, Romain, Adrien et Thomas.

Je tiens à remercier tout particulièrement les membres du jury et notamment les professeurs Agnès Delmas et Philippe Le Masson qui ont accepté de rapporter cette thèse.

Avant de conclure ce paragraphe de remerciements, je ne veux pas oublier toutes les personnes qui ont compté pour moi et qui ont su me soutenir d'une manière ou d'une autre. Je pense tout d'abord à mes parents et ma sœur Naomi pour votre présence et votre soutien. Ensuite, je veux mentionner les amis d'Aix : Tim, Nico, Jérémy, Phil, Brad, Sésé, Cat, Max, Guillaume, Etienne, Ousmane, Abraham, Ben, Laurie, Danny, Pauline, Eva, ... Et pour finir, mes pensées vont vers la personne la plus chère à mon cœur, Anaïs. Ton amour et ton soutien au quotidien ont été bien plus précieux que tu ne l'imagines.

« Dieu dit : Que la lumière soit ! Et la lumière fut ! »

Genèse 1.3, La Bible

Table des matières

Remerciements	ii
Table des matières	iv
Liste des figures	vii
Liste des tableaux	xii
Nomenclature	xiv
Introduction	1
Fondamentaux sur la mesure radiative de très haute température	7
Introduction	9
1 Théorie du rayonnement.....	10
1.1 Définition de l'angle solide et notations	10
1.2 Grandeurs physiques fondamentales	11
1.3 Lois du rayonnement.....	13
1.4 Le cas idéal du corps noir	16
2 Application aux corps réels.....	17
2.1 Propriétés radiatives des matériaux	18
2.2 Définition de la réflectivité.....	21
2.3 Mesure de très hautes températures par pyrométrie optique	22
3 Métrologie	26
3.1 Outils métrologiques à haute température	26
3.2 Mesure du rayonnement	29
3.3 Influence de l'environnement.....	30
4 État de l'art sur les moyens de mesure à très haute température	33
4.1 Pyrométrie à radiation totale.....	33
4.2 Pyrométrie monochromatique et bichromatique.....	33
4.3 Pyrométrie multispectrale	34
4.4 Pyrорélectométrie	34
4.5 Pyrорélectométrie monochromatique.....	35
4.6 Pyrométrie photothermique impulsionnelle	35
4.7 Pyrométrie à double modulation	36
4.8 Pyrométrie au point de Christiansen	36
4.9 Pyrométrie dans l'ultra-violet	36
4.10 Spectroscopie Raman	37
4.11 Bilan de l'état de l'art	37
Conclusion.....	39
Théorie de la pyrорélectométrie	41
Introduction	42
1 Présentation générale de la méthode.....	43
1.1 Détermination des températures et des réflectivités.....	43
1.2 Fonctionnement général.....	44
2 Températures de luminance et bichromatique	44
2.1 Etalonnage en température	45
2.2 Détermination des températures	46
3 Réflectivités	47
3.1 Etalonnage en réflectivité	47
3.2 Détermination des réflectivités.....	48

4	Détermination de la température pyrorélectométrique	49
4.1	Evaluation mathématique.....	49
4.2	Résolution et conditions de convergence.....	51
	Conclusion.....	55
	Évaluation des incertitudes.....	57
	Introduction	58
1	Introduction aux incertitudes.....	59
1.1	Définitions et notations.....	59
1.2	Définitions des incertitudes-types	59
1.3	Définitions des incertitudes-types composées	60
2	Propagation des incertitudes pour des équations d'étalonnage non-linéaires.....	61
2.1	Coefficients de sensibilité pour l'interpolation.....	61
2.2	Coefficients de sensibilité pour la méthode des moindres carrés.....	62
3	Application à la pyrométrie	62
3.1	Pyrométrie monochromatique	62
3.2	Pyrométrie bichromatique	63
4	Application à la pyrorélectométrie	64
4.1	Étalonnage de la température	65
4.2	Détermination des températures de luminance.....	66
4.3	Étalonnage de la réflectivité	67
4.4	Détermination des réflectivités.....	69
4.5	Bilan final d'incertitude	70
5	Évaluation des incertitudes en pyrométrie et en pyrorélectométrie	70
5.1	Évaluation des incertitudes en pyrométrie.....	71
5.2	Évaluation des incertitudes en pyrorélectométrie	74
5.3	Comparaison des incertitudes.....	78
	Conclusion.....	80
	Modélisation thermique.....	83
	Introduction	85
1	Modélisation semi-analytique en OD	86
1.1	Modèle électromagnétique	86
1.2	Modèle thermique	88
2	Résultats de la modélisation semi-analytique OD	93
2.1	Grille de calcul	94
2.2	Etude de sensibilité	95
2.3	Corrélation température – courant inducteur	98
3	Modèle adimensionnel.....	100
3.1	Description du modèle.....	100
3.2	Résultats du modèle adimensionnel.....	101
4	Modélisation numérique Comsol en 2D.....	103
4.1	Description du modèle.....	103
4.2	Présentation et résolution de la modélisation.....	104
4.3	Comparaison avec le modèle OD.....	106
4.4	Résultats du modèle 2D	108
4.5	Modification de la géométrie.....	112
	Conclusion.....	118
	Mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie	121
	Introduction	123

1	Moyens expérimentaux.....	124
1.1	Description de l'installation VITI et son instrumentation	124
1.2	Description du pyroréfectomètre	126
2	Procédé expérimental	133
2.1	Configuration expérimentale	133
2.2	Étalonnages du pyroréfectomètre	134
2.3	Préparation et conduite d'essai	138
3	Mesures par pyroréfectométrie sur solide.....	139
3.1	Objectifs	139
3.2	Réalisation des mesures et difficultés.....	141
3.3	Résultats des mesures pyroréfectométriques sur du tungstène.....	146
4	Mesures par pyroréfectométrie sur liquide	151
4.1	Objectifs	151
4.2	Validation sur des mélanges eutectiques	151
4.3	Mesure sur un corps pur métallique : le fer.....	157
4.4	Mesure sur un oxyde : l'alumine Al_2O_3	161
4.5	Mesure sur un alliage métallique : l'acier 18MND5.....	165
5	Perspectives.....	170
	Conclusion.....	172
	Conclusion générale	175
	Bibliographie.....	178
	Annexe A : Lois du rayonnement.....	184
A.1	Loi du déplacement de Wien.....	184
A.2	Loi du maximum de Wien.....	184
A.3	Loi de Stefan-Boltzmann	185
	Annexe B : Mesure de température par pyrométrie	186
B.1	Température de luminance	186
B.2	Température bichromatique	186
B.3	Relation entre la température bichromatique et les températures de luminance.....	187
	Annexe C : Evaluation des incertitudes de mesures en pyrométrie.....	188
C.1	Pyrométrie monochromatique	188
C.2	Pyrométrie bichromatique	188
	Annexe D : Evaluation des incertitudes de mesures en pyroréfectométrie.....	190
D.1	Calcul des dérivées nécessaires au calcul des coefficients de sensibilité	190
D.2	Description des coefficients de sensibilité de l'étalonnage en température.....	191
D.3	Expression des termes d'incertitudes en pyroréfectométrie.....	192
D.4	Budget d'incertitudes en pyroréfectométrie	194
	Annexe E : Modélisation électromagnétique	197
E.1	Obtention de l'expression de la puissance Joule en fonction du courant inducteur	197
E.2	Modèle adimensionnel OD.....	200
E.3	Étude de sensibilité sur le modèle OD.....	201
E.4	Ajout du changement de phase.....	203

Liste des figures

Figure 1.1 : Représentation schématique de l'angle solide.	10
Figure 1.2 : Luminance spectrale calculée par la loi de Planck à différentes températures.	14
Figure 1.3 : Schéma simplifié d'une cavité de corps noir.	17
Figure 1.4 : Rayonnement d'un corps réel comparé à celui d'un corps noir.	18
Figure 1.5 : Interaction rayonnement – matière.	19
Figure 1.6 : Représentation schématique de la BRDF pour une direction d'incidence x et dans une direction de réflexion y	21
Figure 1.7 : Écart de température entre la température de luminance T_λ et la température vraie T en fonction de l'émissivité ϵ à la longueur d'onde de $1,3 \mu\text{m}$	23
Figure 1.8 : Vue en coupe d'une cellule eutectique du LNE-Cnam [34].	27
Figure 1.9 : Schéma de la mesure du rayonnement d'une surface à la température T	29
Figure 1.10 : Absorption de l'eau dans le proche infrarouge [39].	30
Figure 1.11 : Différence relative entre la température de la surface considérée et sa température apparente.	32
Figure 1.12 : Différence relative entre l'émissivité de la surface considérée et son émissivité apparente.	32
Figure 1.13 : Principe de fonctionnement de la pyrométrie photométrique impulsionnelle [27].	35
Figure 1.14 : Principe de fonctionnement de la pyrométrie à double modulation.	36
Figure 2.1 : Schéma de fonctionnement général de la pyrorélectométrie.	44
Figure 2.2 : Schéma de détermination de la température de luminance T_λ	46
Figure 2.3 : Schéma de détermination de la température bichromatique T_c	47
Figure 2.4 : Schéma de détermination de la réflectivité spectrale ρ	49
Figure 2.5 : Homothétie sur la BRDF du pyrorélectomètre.	50
Figure 2.6 : Méthode de résolution graphique de la température pyrorélectométrique T^*	52
Figure 2.7 : Schéma du processus d'itération par étapes (deux étapes représentées).	53
Figure 2.8 : Schéma du procédé itératif pour la détermination de la température pyrorélectométrique.	54
Figure 3.1 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude composée (détaillé à gauche et condensé à droite).	60
Figure 3.2 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude en pyrométrie monochromatique.	63
Figure 3.3 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude en pyrométrie bichromatique.	64
Figure 3.4 : Incertitude sur l'étalonnage réalisé à partir de trois points de températures.	66
Figure 3.5 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la température de luminance en pyrorélectométrie.	67
Figure 3.6 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude due à l'étalonnage en réflectivité en pyrorélectométrie.	69
Figure 3.7 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la réflectivité en pyrorélectométrie.	69
Figure 3.8 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la température pyrorélectométrique T^*	70
Figure 3.9 : Bilan d'incertitudes en pyrométrie monochromatique pour une émissivité de $0,3$	72
Figure 3.10 : Bilan d'incertitudes en pyrométrie bichromatique pour un rapport d'émissivité de $\epsilon_{12} = 1 \pm 0,02$	74

Figure 3.11 : Bilan d’incertitudes pour la réflectivité de $0,02 \text{ sr}^{-1}$ et pour la température de 2700 K.	77
Figure 3.12 : Bilan d’incertitudes pour trois cas de réflectivités et pour la température de 2700 K.	77
Figure 3.13 : Incertitude totale et les trois termes prépondérants du bilan d’incertitude pour les cas de la réflectivité faible (à gauche), de la réflectivité intermédiaire (au centre) et de la réflectivité élevée (à droite).	78
Figure 3.14 : Comparaison des incertitudes sur la température mesurée par pyrorélectométrie et par pyrométrie bichromatique.	79
Figure 4.1 : Géométrie du système inducteur – charge.	86
Figure 4.2 : Géométrie et conditions aux limites thermiques.	89
Figure 4.3 : Schéma de résolution du modèle semi-analytique en couplage faible.	92
Figure 4.4 : Schéma de résolution du modèle semi-analytique en couplage fort.	92
Figure 4.5 : Données d’entrée et de sortie du modèle analytique 0D.	94
Figure 4.6 : Variation relative de la température d’équilibre par rapport à celle de chaque paramètre physique et géométrique.	98
Figure 4.7 : Température d’équilibre (gauche) et temps d’équilibre (droite) en couplage faible et en couplage fort en fonction du courant circulant dans l’inducteur.	99
Figure 4.8 : Évolution temporelle de la température de la charge considérée en couplage faible et en couplage fort pour un courant de 550A.	100
Figure 4.9 : Grandeurs adimensionnelles en fonction du temps adimensionnel pour le couplage faible (trait pointillé) et le couplage fort (trait plein). Température T , puissance Joule Q , pertes thermiques hT et puissance nette P .	102
Figure 4.10 : Maillage considéré pour la modélisation sur Comsol, affiné dans la peau électromagnétique (gauche) et affiné dans l’entrefer (droite).	105
Figure 4.11 : Maillage intégral considéré pour la modélisation sur Comsol.	105
Figure 4.12 : Comparaison des températures d’équilibre calculées avec le modèle 0D et avec le modèle 2D au point A en fonction du courant.	107
Figure 4.13 : Comparaison des temps d’équilibre calculés avec le modèle 0D et avec le modèle 2D en fonction du courant (gauche) et évolution temporelle de la température (droite) pour un courant de 1000A.	107
Figure 4.14 : Cartographie thermique complète. Isothermes pour un courant de 900A et une géométrie de hauteur 50 mm et de rayon 10 mm.	109
Figure 4.15 : Cartographie thermique du milieu de la charge. Isothermes et densités de flux de chaleur.	110
Figure 4.16 : Cartographie thermique du haut de la charge (gauche) et zoom sur le coin supérieur droit (droite). Isothermes et densités de flux de chaleur.	110
Figure 4.17 : Cartographie de la densité de courant orthoradial sur la partie supérieure de la charge.	111
Figure 4.18 : Géométrie et conditions aux limites thermiques pour la configuration avec support.	113
Figure 4.19 : Température d’équilibre aux points A et B pour les configurations avec et sans support en fonction du courant circulant dans l’inducteur.	114
Figure 4.20 : Évolution temporelle de la température aux points A et B pour les configurations avec et sans support calculée pour un courant de 900A.	114
Figure 4.21 : Cartographie thermique de la charge (gauche) et du support (droite).	115
Figure 4.22 : Évolution de la température d’équilibre le long d’un axe vertical pour un courant de 900A.	116

Figure 4.23 : Cartographie thermique du haut de la charge. Isothermes et densités de flux de chaleur.	116
Figure 4.24 : Cartographie thermique à l'interface charge-support (gauche) et zoom sur l'extrémité droite du support (droite). Isothermes et densités de flux de chaleur.	117
Figure 5.1 : Photographie de l'installation VITI. 1 : Enceinte de confinement. 2 : Inducteur. 3 : éléments géométriques. 4 : Tape supérieure. 5 : Gestion des gaz. 6 : Oxymètre. 7 : Hublots. 8 : Pyromètres optiques.	125
Figure 5.2 : Principe de fonctionnement d'un thermocouple.	125
Figure 5.3 : Description schématique du pyroréfectomètre. 1 : Émission laser. 2 : Fibre optique pour l'émission laser. 3 : Tubes et lentilles de la tête optique d'émission laser. 4 : Signal laser. 5 : Échantillon. 6 : Signal d'émission thermique et de réflexion laser. 7 : Tubes et lentilles de la tête optique de réception. 8 : Fibre optique pour la réception du signal thermique et réfléchi. 9 : Réception du signal. 10 : Boîtier du pyroréfectomètre. 11 : Logiciel de post-traitement.	127
Figure 5.4 : Pyroréfectomètre développé par le laboratoire PROMES. Première version (gauche) et deuxième version (droite).	128
Figure 5.5 : A : Module d'émission laser. B : Module de réception. C : Module de post-traitement. 1 : Port de connexion pour l'émission laser. 2 : Port de connexion pour la réception du signal. 3 : Photodiodes à λ_r et λ_b . 4 : Lentille. 5 : Séparateur à miroir dichroïque. 6 : Miroir plan. 7 : Filtres interférentiels centrés à λ_r et λ_b . 8 : Lentilles. 9 : Photodiodes à λ_r et λ_b . 10 : Interrupteurs.	129
Figure 5.6 : Description schématique du logiciel du pyroréfectomètre.	130
Figure 5.7 : Description schématique de la tête optique du pyroréfectomètre. 1 : Fibre optique d'émission laser. 2 : Connecteur réglable pour la fibre optique d'émission laser. 3 : Bloc d'émission laser. 4 : Système à double lentilles pour l'émission laser. 5 : Support d'orientation du bloc d'émission laser. 6 : Support d'orientation du bloc de réflexion laser. 7 : Système à double lentilles pour la réception du signal thermique et réfléchi. 8 : Bloc de réception du signal. 9 : Connecteur réglable pour la fibre optique de réception. 10 : Fibre optique de réception du signal thermique et réfléchi.	131
Figure 5.8 : Photo des trois versions de la tête optique. 1 : Fibre optique d'émission laser. 2 : Connecteur réglable pour la fibre optique d'émission laser. 4 : Système à double lentilles pour l'émission laser. 5 : Support d'orientation du bloc d'émission laser. 6 : Support d'orientation du bloc de réflexion laser. 7 : Système à double lentilles pour la réception du signal thermique et réfléchi. 9 : Connecteur réglable pour la fibre optique de réception. 10 : Fibre optique de réception du signal thermique et réfléchi.	132
Figure 5.9 : Schéma de la configuration expérimentale de la chambre haute température. 1 : Inducteur. 2 : Échantillon. 3 : Creuset. 4 : Suscepteur. 5 : Isolant thermique. 6 : Support. 7 : Ailettes de refroidissement.	134
Figure 5.10 : Réglage de la tête optique (2) du pyroréfectomètre (3) devant un corps noir à diaphragme réglable (1) du laboratoire PROMES.	135
Figure 5.11 : Étalonnage du pyroréfectomètre (3) avec sa tête optique (2) sur un corps noir haute température (1) du laboratoire PROMES à l'aide d'un pyromètre monochromatique étalon (4).	136
Figure 5.12 : Comparaison de l'incertitude due à l'étalonnage en température pour des étalonnages effectués sur un corps noir et sur des cellules eutectiques.	137
Figure 5.13 : Schéma de la configuration expérimentale de la chambre haute température sur échantillons de tungstène. 1 : Inducteur. 2 : Échantillon de tungstène. 3 : Thermocouple. 4 : Support. 5 : Ailettes de refroidissement.	140
Figure 5.14 : Mesures pyroréfectométriques sur un échantillon de tungstène (60x15 mm). Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu m}$ et $T_{1,55 \mu m}$: températures de luminance à $1,3 \mu m$ et $1,55 \mu m$, T^* : température pyroréfectométrique, T_c : température bichromatique du pyroréfectomètre, T	

pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm . Courant circulant dans l'inducteur (en bas).	142
Figure 5.15 : Mesures pyrométriques sur un échantillon de tungstène (50x15 mm). T pyromètre : température bichromatique du pyromètre, T ($\lambda=0,95 \mu\text{m}$) : température de luminance du pyromètre à 0,95 μm , T ($\lambda=1,05 \mu\text{m}$) : température de luminance du pyromètre à 1,05 μm	143
Figure 5.16 : Mesures pyroréfectométriques sur un échantillon de tungstène (50x15 mm). Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm . Courant circulant dans l'inducteur (en bas).	145
Figure 5.17 : Mesures pyroréfectométriques sur un échantillon de tungstène (50x5 mm). Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. T pyromètre corrigée : température bichromatique du pyromètre, corrigée des émissivités. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm . Courant circulant dans l'inducteur (en bas).	147
Figure 5.18 : Validation de la méthode pyroréfectométrique sur du tungstène. Tc : température bichromatique, corrigée des réflectivités. T 1,3 μm : température de luminance à 1,3 μm , corrigée de la réflectivité à 1,3 μm . T 1,55 μm : température de luminance à 1,55 μm , corrigée de la réflectivité à 1,55 μm . T pyromètre corrigée : température bichromatique du pyromètre, corrigée des émissivités du tungstène.	148
Figure 5.19 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 40x15 mm.	149
Figure 5.20 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 50x15 mm.	150
Figure 5.21 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 50x5 mm.	150
Figure 5.22 : Mesures pyroréfectométriques sur un mélange eutectique Ru-C. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	152
Figure 5.23 : Mesures pyroréfectométriques sur un mélange eutectique Re-C. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	153
Figure 5.24 : Mesures pyroréfectométriques sur un mélange eutectique Ru-C. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	155
Figure 5.25 : Mesures pyroréfectométriques sur un mélange eutectique Re-C. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	156

Figure 5.26 : Mesures pyroréfectométriques sur du fer pur. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	159
Figure 5.27 : Mesures pyroréfectométriques sur du fer pur. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	160
Figure 5.28 : Mesures pyroréfectométriques sur de l'alumine. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	162
Figure 5.29 : Mesures pyroréfectométriques sur de l'alumine. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	164
Figure 5.30 : Visuels du pyromètre vidéo sur l'alumine liquide pour les zones 2 à 4. Le cercle noir symbolise la visée du pyromètre bichromatique.	165
Figure 5.31 : Mesures pyroréfectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	166
Figure 5.32 : Mesures pyroréfectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	167
Figure 5.33 : Mesures pyroréfectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyroréfectométrique, Tc : température bichromatique du pyroréfectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm	169

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Résumé des différents flux radiatifs.....	11
Tableau 1.2 : Résumé des différentes grandeurs du rayonnement.....	13
Tableau 1.3 : Écart relatif [%] en température de la loi de Wien par rapport à la loi de Planck. Le vert correspond à un écart relatif en température inférieure à 0,05%. Le jaune correspond à un écart relatif inférieur à 0,5 %. Le rouge correspond à un écart relatif inférieur à 5%.....	15
Tableau 1.4 : Bilan de l'état de l'art sur les méthodes de mesures de très haute température.	38
Tableau 3.1 : Données d'entrée pour les calculs d'incertitudes en pyrométrie monochromatique et bichromatique.	71
Tableau 3.2 : Budget d'incertitudes (K) en pyrométrie monochromatique.....	72
Tableau 3.3 : Budget d'incertitudes (K) en pyrométrie bichromatique.	73
Tableau 3.4 : Données d'entrée pour les calculs d'incertitudes aux deux longueurs d'ondes.....	75
Tableau 3.5 : Budget d'incertitude (K) pour une réflectivité de $0,02 \text{ sr}^{-1}$ et à la longueur d'onde de $1,55 \mu\text{m}$	76
Tableau 4.1 : Grille de calcul sur les grandeurs physiques et géométriques pour l'étude de sensibilité.	94
Tableau 4.2 : Paramètres généraux liés à l'inducteur et à l'argon utilisés dans le modèle OD.....	95
Tableau 4.3 : Résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres physiques.....	96
Tableau 4.4 : Résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres géométriques.....	97
Tableau 4.5 : Caractéristiques du maillage utilisé pour la modélisation.....	105
Tableau 4.6 : Températures et temps d'équilibre pour les modèles OD et 2D pour des courants de 300 à 1000A.....	106
Tableau 4.7 : Températures et temps d'équilibre pour les modèles OD et 2D pour différentes géométries et un courant de 900A.	108
Tableau 4.8 : Propriétés thermophysiques du graphite [76].	112
Tableau 4.9 : Propriétés thermophysiques du fer utilisées pour le calcul en couplage faible.....	204
Tableau 5.1 : Grille d'essai et de calcul pour validation du modèle Comsol.....	149
Tableau 5.2 : Composition massique (%) de l'acier 18MND5.	165

Nomenclature

Acronymes			
REP	Réacteur à eau pressurisée	SIMaP	Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés
SMR	Small Modular Reactor	PLINIUS	PLatform for Improvements in Nuclear Industry and Utility Safety
EPR	European Pressurized Reactor	VITI	Viscosity Temperature Installation
PROMES	PROcédés, Matériaux et Energie Solaire	INES	International Nuclear Event Scale

Rayonnement :

Grandeurs			
$\vec{\Omega}$	Direction de propagation pour la définition de l'angle solide	λ	Longueur d'onde [m]
$d\Omega = \sin \theta d\theta d\varphi$	Angle solide [sr]	(R, θ, φ)	Coordonnées sphériques avec R la distance à la surface élémentaire dS [m, rad, rad]
$d^5\phi_{\Omega,\lambda}$	Flux radiatif spectral et directionnel [W]	$d^4\phi_{\Omega}$	Flux radiatif total et directionnel [W]
$d^3\phi_{\lambda}$	Flux radiatif spectral et hémisphérique émis ou reçu par la surface considérée [W]	$d^2\phi$	Flux radiatif total et hémisphérique émis ou reçu par la surface considérée [W]
$L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega})$	Luminance spectrale de la surface élémentaire dS dans la direction $\vec{\Omega}$ [$W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1}$]	$L(\vec{r}, \vec{\Omega})$	luminance totale de la surface élémentaire dS dans la direction $\vec{\Omega}$ [$W \cdot m^{-2} \cdot sr^{-1}$]
$M_{\lambda}(\vec{r})$	Exitance spectrale de la surface élémentaire dS dans toutes les directions [$W \cdot m^{-3}$]	$M(\vec{r})$	Exitance totale de la surface élémentaire dS dans toutes les directions [$W \cdot m^{-2}$]

$E_\lambda(\vec{r})$	Éclairement spectral de la surface élémentaire dS dans toutes les directions [W.m ⁻³]	$E(\vec{r})$	Éclairement total de la surface élémentaire dS dans toutes les directions [W.m ⁻²]
$L^0(T, \lambda)$	Luminance spectrale de corps noir (loi de Planck) [W.m ⁻³ .sr ⁻¹]	T	Température [K]
$C_1 = 2hc^2$ $= 1,19104 \cdot 10^{-16}$	Première constante définie dans la loi de Planck [W.m ²]	$C_2 = \frac{hc}{k_B}$ $= 1,4388 \cdot 10^{-2}$	Seconde constante définie dans la loi de Planck [m.K]
$h \approx 6,626 \cdot 10^{-34}$	Constante de Planck [J.s]	$c \approx 3 \cdot 10^8$	Vitesse de la lumière dans le vide [m.s ⁻¹]
M^0	Exitance totale définie dans la loi de Stefan-Boltzmann [W.m ⁻²]	$B_m \approx 4,1 \cdot 10^{-6}$	Constante définie pour la détermination du maximum de luminance [W.m ⁻³ .sr ⁻¹ .K ⁻⁵]
$k_B \approx 1,38 \cdot 10^{-23}$	Constante de Boltzmann [J.K ⁻¹]	$\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8}$	Constante de Stefan-Boltzmann [W.(m ² .K ⁴) ⁻¹]
$S_\lambda(T)$	Signal spectral mesuré et proportionnel à la luminance spectrale L_λ [V]	k_1, k_2 et k_3	Trois constantes définies dans l'équation de Sakuma-Hattori [V, m, m.K]
$L(T, \lambda)$	Luminance spectrale d'un corps réel (température T et longueur d'onde λ) [W.m ⁻³ .sr ⁻¹]	ϕ	Flux radiatif [W]
$\epsilon(T, \lambda)$ ou ϵ_λ	Émissivité d'une surface à la température T et pour la longueur d'onde λ [-]	$\alpha^{\theta_i}(T, \lambda)$	Absorption directionnelle pour un angle d'incidence θ_i [-]
$\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$	Émissivité directionnelle pour un angle d'émission θ_i [-]	$\tau^{\theta_i, \rho}(T, \lambda)$	Transmission directionnelle hémisphérique pour un angle d'incidence θ_i [-]

Nomenclature

$\rho^{\theta_i \cap}(T, \lambda)$	Réflectivité directionnelle hémisphérique pour un angle d'incidence θ_i [-]	$\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)$	Réflectivité bidirectionnelle pour un angle d'incidence θ_i et un angle de réflexion θ_r [sr ⁻¹]
$BRDF^{\vec{x}, \vec{y}}(\lambda, T)$	Fonction de distribution des réflectivités pour une direction d'incidence \vec{x} et pour une direction de réflexion \vec{y} [-]	$f(\theta)$	Distribution angulaire des réflectivités ou indicatrice de réflexion [sr]
$\eta_d(T, \lambda)$	Facteur de diffusion [sr]	T_λ	Température de luminance de corps noir ou température de luminance à la longueur d'onde λ [K]
T_c	Température bichromatique (ou température de couleur) [K]	ϵ_{app}	Émissivité apparente [-]
T_{app}	Température apparente liée à l'émissivité apparente ϵ_{app} [K]	$J(T, \lambda)$	Radiosité [W.m ⁻³]
T_{env}	Température des structures environnantes [K]	ϵ_{env}	Émissivité des structures environnantes [-]
Indices			
i	Incident	a	Absorbé
r	Réfléchi	λ	Relatif à la longueur d'onde λ
t	Transmis		
Exposants			
\cap	Relatif à une grandeur hémisphérique	\perp	Relatif à une grandeur directionnelle

Pyroréfectométrie :

Grandeurs			
ρ	Réflectivité bidirectionnelle à une longueur d'onde quelconque [sr ⁻¹]	η_d^*	Facteur de diffusion de convergence déterminé par le procédé itératif [sr]
T^*	Température pyroréfectométrique ou température de convergence déterminée par le procédé itératif [K]	A et B	Deux coefficients pour l'étalonnage de la température bichromatique T_c [-, K]
K_λ	Coefficient de réflectivité à la longueur d'onde λ [sr]	u	Incertitude
k	Facteur d'élargissement [-]	$\lambda_{12} = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{\lambda_2 - \lambda_1}$	Longueur d'onde utilisée pour la pyrométrie bichromatique [m]
$\tau_{\lambda_{12}} = \frac{\tau_{\lambda_1}}{\tau_{\lambda_2}}$	Rapport des transmissions aux deux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 [-]	$\epsilon_{\lambda_{12}} = \frac{\epsilon_{\lambda_1}}{\epsilon_{\lambda_2}}$	Rapport des émissivités aux deux longueurs d'onde λ_1 et λ_2 [-]
M	Nombre de points d'étalonnage en température [-]	N	Nombre de paramètres pour l'étalonnage en température (trois paramètres pour l'équation de Sakuma-Hattori) [-]
T_i	Température du point d'étalonnage i [K]	S_i	Signal d'étalonnage du point d'étalonnage i [V]
Indices			
Offset	Relatif au signal S_λ pour la mesure des offsets (à température ambiante)	et	Relatif à l'étalonnage sur une surface de référence en réflectivité et appliqué pour le coefficient K_λ , la réflectivité ρ_λ et le signal S_λ

Nomenclature

ech-et	Relatif à l'étalonnage sur le matériau considéré dans les mêmes conditions que l'étalonnage sur l'étalon de réflectivité (appelé étalonnage absolu) et appliqué pour le coefficient K_λ et le signal S_λ	ech	Relatif à l'étalonnage sur le matériau considéré dans les conditions de mesure (appelé étalonnage relatif) et appliqué pour le coefficient K_λ et le signal S_λ
abs	Relatif à l'étalonnage sur le matériau considéré dans les mêmes conditions que l'étalonnage sur l'étalon de réflectivité et appliqué pour la réflectivité ρ_λ appelée dans ce cas réflectivité absolue	constructeur	Relatif à l'incertitude donnée par le constructeur
transmission	Relatif à l'incertitude sur la transmission d'éventuels hublots	T,mono	Relatif à l'incertitude sur la température de luminance corrigée de l'émissivité
T,bichro	Relatif à l'incertitude sur la température bichromatique corrigée des émissivités	étalonnage	Relatif à l'incertitude sur l'étalonnage en pyroréfectométrie
interpolation	relatif à l'incertitude sur l'interpolation entre le modèle et le comportement réel du détecteur en pyroréfectométrie	signal	Relatif à l'incertitude sur la mesure du signal en pyroréfectométrie
lambda	Relatif à l'incertitude sur la longueur d'onde en pyroréfectométrie	eta	Relatif à l'incertitude sur le facteur de diffusion en pyroréfectométrie
mesure	Relatif à la mesure de la grandeur (par rapport à son étalonnage par exemple)		
Exposants			
E	Relatif au signal S_λ pour la partie émission thermique	R	Relatif au signal S_λ pour la partie réflexion du laser
E+R	Relatif au signal S_λ pour la partie émission thermique et réflexion du laser	PD	Relatif au signal S_λ pour la tension d'émission de la photodiode laser

Modélisation :

Grandeurs			
δ	Épaisseur de peau électromagnétique [m]	μ	Perméabilité magnétique [H.m ⁻¹]
$\omega = 2\pi f$	Pulsation avec f la fréquence [s ⁻¹]	σ	Conductivité électrique [S.m ⁻¹]
r_e	Rayon externe de la charge [m]	r_i	Rayon interne de la charge [m]
I	Courant inducteur [A]	B	Champ magnétique [T]
(r, θ, z)	Coordonnées cylindriques dont les vecteurs normaux sont e_r, e_θ, e_z [m, rad, m]	j	Densité de courant électromagnétique [A.m ⁻²]
P_J	Puissance Joule dissipée dans la charge [W.m ⁻³]	n	Nombre de spire [-]
$\underline{\rho}(r) = \sqrt{-i\omega\mu_0\sigma_{charge}}r = -i^{\frac{3}{2}}\frac{\sqrt{2}}{\delta_{charge}}r$		$K_{nag,r} = 1 + 0,4502\frac{2r}{h_{charge}}$	Coefficient de Nagaoka calculé en r [-]
$\underline{\rho}_e = \underline{\rho}(r_e)$		V	Volume de la charge [m ³]
$\underline{\rho}_i = \underline{\rho}(r_i)$		$Q_{rayonnement}$	Pertes de chaleur par rayonnement [W.m ⁻²]
$Q_{convection}$	Pertes de chaleur par convection [W.m ⁻²]	$S_{rayonnement}$	Surface d'échange par rayonnement [m ²]
$S_{convection}$	Surface d'échange par convection [m ²]	$\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8}$	Constante de Stefan-Boltzmann [W.(m ² .K ⁴) ⁻¹]

Nomenclature

T_{∞}	Température des surfaces vers lesquelles la charge rayonne [K]	h_{charge}	Hauteur de la charge [m]
h_{ind}	Hauteur de l'inducteur [m]	h_{ray}	Coefficient d'échange par rayonnement [W.(m ² .K) ⁻¹]
h_{conv}	Coefficient d'échange par convection [W.(m ² .K) ⁻¹]	Nu	Nombre de Nusselt [-]
k	Conductivité thermique [W.(m.K) ⁻¹]	Gr	Nombre de Grashof [-]
Pr	Nombre de Prandtl [-]	g	Accélération de la gravité [m.s ⁻²]
β	Dilatation thermique [K ⁻¹]	μ	Viscosité dynamique [Pa.s]
C_p	Capacité thermique [J.(kg.K) ⁻¹]	ρ	Masse volumique [kg.m ⁻³]
D	Diffusivité thermique [m ² .s ⁻¹]	Nu_{FP}	Nombre de Nusselt calculé pour la corrélation en plaque plane verticale [-]
Ra	Nombre de Rayleigh [-]	Bi	Nombre de Biot [-]
h_{eff}	Coefficient d'échange effectif global [W.(m ² .K) ⁻¹]	Δt	Pas de temps de résolution analytique de l'équation de la chaleur [s]
t	Temps [s]	S_{lat}	Surface latérale [m ²]
Fo	Nombre de Fourier [-]	L_c	Longueur caractéristique [m]

$\alpha = 1 - \frac{r_i^2}{r_e^2}$	Coefficient d'adimensionnement [-]		
Indices			
ind	Relatif à l'inducteur	gaz	Relatif au gaz
spire	Relatif aux spires de l'inducteur	W	Relatif au tungstène
charge	Relatif à la charge	eq	Relatif à un équilibre thermodynamique
Exposant			
~	Relatif à l'adimensionnement d'une grandeur		

Introduction

Contexte

De tous temps, l'homme a utilisé différents moyens pour se fournir en énergie. Le XX^e siècle a vu l'apparition de nouvelles théories sur la physique nucléaire, permettant la naissance d'une nouvelle forme d'énergie : l'énergie nucléaire. Pendant la deuxième moitié du XX^e siècle, plusieurs états ont développé puis industrialisé des réacteurs nucléaires de différentes technologies. La France est un des pays les plus avancés dans ce domaine avec 56 réacteurs en activité en 2022. Plusieurs technologies de réacteurs ont été adoptées en France, mais aujourd'hui tous les réacteurs industriels en activité sont des Réacteurs à Eau Pressurisée (REP). L'avenir énergétique de la France au XXI^e sera basé en partie sur l'énergie nucléaire, au travers de nouveaux réacteurs de technologies variées : des réacteurs de générations 3 de fortes puissances (1600 MWe) avec l'EPR (European Pressurized Reactor), des petits réacteurs modulaires SMR (Small Modular Reactor) de faibles puissances (300 à 400 MWe) en cours de développement, voire des réacteurs de génération IV (réacteur à neutron rapide au sodium, réacteur à sels fondus, ...). La sûreté de ces réacteurs est renforcée grâce à des études permettant de modéliser le fonctionnement d'un réacteur en situation normale, incidentelle ou accidentelle.

Cette thèse a été effectuée au sein du Laboratoire d'Etudes et d'expérimentations pour les Accidents Graves (LEAG) au sein de l'institut IRESNE du CEA Cadarache, en collaboration avec les laboratoires PROCédés, Matériaux et Energie Solaire (PROMES) au four solaire d'Odeillo et Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés (SIMaP) à Grenoble. Le LEAG est un laboratoire expérimental dédié à l'étude des accidents graves dans les réacteurs nucléaires et exploitant la plateforme accident grave PLINIUS (Platform for Improvements in Nuclear Industry and Utility Safety) [1].

La gravité d'un incident ou d'un accident dans un réacteur nucléaire est classée selon l'échelle internationale INES (International Nuclear Event Scale) [2] présentant huit niveaux de zéro à sept représentés dans la figure 1. Un accident grave de réacteur nucléaire commence à partir du niveau 5, lorsque le cœur du réacteur fond, entraînant des rejets importants à l'extérieur du site nucléaire. Les accidents de Tchernobyl (1986) et Fukushima (2011) sont les deux accidents les plus graves qui se sont produits et ont été classés de niveau 7. De nature différente, des importants rejets radioactifs ont eu lieu dans l'environnement. L'accident à Three Mile Island (1979) a conduit à la fusion partielle du cœur et a été classé de niveau 5.



Figure 1 : Échelle internationale INES de gravité d'un incident ou d'un accident nucléaire [Source : AIEA].

La fusion du cœur lors d'un accident grave peut être causée par la perte du réfrigérant primaire (arrêt des pompes, brèche dans le circuit primaire, ...), ce qui peut conduire à un échauffement du combustible menant jusqu'à la fusion du combustible, des gaines et des structures internes. Il s'agit alors de la perte de la première barrière de confinement. Le mélange résultant, appelé corium, peut être défini comme un magma nucléaire composé des éléments fondus présents dans la cuve du réacteur, tels que le combustible nucléaire, i.e. le dioxyde d'uranium (UO_2) ou l'oxyde mixte d'uranium et de plutonium (MOX), les actinides mineurs et les produits de fission, le zircalloy avec son élément principal le zirconium (Zr), l'acier provenant des structures internes et de la cuve. Le corium à très hautes températures ($T=3000K$), très corrosif, peut ablater la cuve en acier jusqu'à la percer. Il s'agit alors de la perte de la deuxième barrière de confinement. La dernière barrière est l'enceinte de confinement du bâtiment réacteur, constitué de béton. Son intégrité peut être menacée en raison d'une éventuelle détonation/déflagration de gaz combustibles (dihydrogène) ou lors de l'interaction entre le corium et le béton du radier.

L'étude des scénarios de progression du corium au sein de la cuve et à l'extérieur de celle-ci est indispensable afin de mieux comprendre les phénomènes pouvant survenir lors d'un accident et dimensionner en conséquence les futurs réacteurs ou adapter la flotte actuelle. Les études de sûreté nucléaire sont le plus souvent réalisées à partir de la modélisation des phénomènes s'y déroulant en considérant entre autre les diverses interactions avec le corium. Des données expérimentales sont indispensables pour valider les modèles considérés et alimenter les bases de données utilisées dans les codes accidents graves.

La plateforme accident grave PLINIUS [1] permet d'étudier les principaux phénomènes accidents graves survenant en cuve ou hors cuve et de caractériser l'interaction du corium avec différents milieux ou matériaux grâce à plusieurs installations sans équivalent :

- l'installation KROTOS consiste à étudier l'interaction du corium (jusqu'à 5 kg) avec l'eau en effectuant un lâcher de corium dans l'eau pour étudier sa fragmentation et les conditions de survenues d'une éventuelle explosion de vapeur ;
- l'installation VULCANO permet d'étudier l'interaction du corium (jusqu'à 100 kg) avec le béton pour caractériser l'étalement du corium ou l'ablation du béton ;
- l'installation MERELAVA a pour but l'efficacité d'un renoyage par le haut du corium (jusqu'à 80 kg) et d'étudier les phénomènes d'imbibition du corium par l'eau ;
- l'installation FUJISAN permet d'étudier les aérosols relâchés lors de la découpe du corium en vue du démantèlement de Fukushima ;
- l'installation VITI est une petite installation qui étudie le corium (jusqu'à 100 g) pour caractériser les propriétés thermophysiques du corium [3, 4] ou des aciers [5, 6], étudier les interactions entre matériaux [7] et l'oxydation [8], étudier les émissions d'aérosols [1, 9] et développer des instruments innovants [10].

L'installation VITI est un maillon essentiel pour les mesures de propriétés thermophysiques du corium et des aciers à l'état liquide et à très hautes températures (jusqu'à $3000^{\circ}C$) indispensables aux études de sûreté nucléaire. Les propriétés thermophysiques des matériaux en jeu pilotent en effet plusieurs phénomènes pouvant se produire lors d'un accident grave. Par exemple, l'effet de concentration de flux, appelé « focusing effect » [11], est piloté par la tension de surface des aciers, la fragmentation du corium est pilotée par la tension de surface du corium [3] et l'étalement du corium [1] est piloté par la viscosité.

Or, les propriétés thermophysiques, comme la densité, la tension de surface et la viscosité, possèdent des lois paramétriques dépendantes de la température [3, 4, 5, 6]. Afin d'avoir une bonne connaissance de ces propriétés thermophysiques, il est donc indispensable d'avoir une connaissance fiable de la température. Les incertitudes sur les mesures de propriétés thermophysiques dépendent donc en partie de l'incertitude sur la mesure de la température. Or, les incertitudes sur les mesures de très hautes températures sont de l'ordre de 5 à 10% avec les techniques classiques, comme la pyrométrie. De plus, la mesure des très hautes températures ($T>1500^{\circ}C$) intéresse également d'autres domaines d'applications très variés tels que la métallurgie, l'aéronautique, le spatial, l'industrie nucléaire, ...

Le domaine des accidents graves s'intéresse aux matériaux à l'état liquide, avec un grand nombre d'éléments, justifiant le développement d'une méthode innovante de mesures précises de très hautes températures.

La température représentant le domaine scientifique principal de ce travail de thèse, il est rappelé ci-dessous sa définition telle que reconnue à l'échelle internationale.

Définition de la température

L'échelle internationale de température de 1990 (EIT-90) adoptée par le Comité international des poids et mesures [12] est la norme d'étalonnage des appareils de mesure de la température. Cette échelle permet de définir la température de 0,65K jusqu'à la température la plus élevée mesurable à partir de la loi de Planck pour un rayonnement monochromatique. L'unité utilisée pour déterminer la température est le kelvin K ou le degré Celsius °C. Le kelvin est défini à partir de la constante de Stefan-Boltzmann k_B .

Dans le cadre de cette thèse, seul le domaine des très hautes températures est utilisé.

Le domaine des très hautes températures commence à partir de 1234,93 K, ce qui correspond au point de congélation de l'argent. Au-delà de cette température, la loi du rayonnement de Planck est utilisée à partir d'un point fixe de définition pour la détermination de la température, notée T_{90} dans l'échelle internationale de température de 1990. Dans ce domaine, on définit donc la température par la relation suivante :

$$\frac{L_\lambda(T_{90})}{L_\lambda(T_{90}(X))} = \frac{\exp(C_2[\lambda T_{90}(X)]^{-1}) - 1}{\exp(C_2[\lambda T_{90}]^{-1}) - 1}, \quad (1)$$

avec $T_{90}(X)$ la température du point de congélation de l'argent ($T_{90}(Ag) = 1234,93 K$), de l'or ($T_{90}(Au) = 1337,33 K$) ou du cuivre ($T_{90}(Cu) = 1234,93 K$), L_λ est la luminance spectrale de corps noir à la longueur d'onde λ et $C_2 = 0,014388 m \cdot K$.

Par la suite, la température est simplement notée T .

Problématique

La problématique de cette thèse est la détermination de la température de matériaux à l'état liquide dans le domaine des très hautes températures ($T > 1500^\circ C$) avec une précision visée de l'ordre de quelques dizaines de degrés. Or la difficulté des mesures de température par rayonnement est que les propriétés radiatives, comme l'émissivité, des surfaces considérées dépendent de nombreux paramètres. L'émissivité dépend du matériau, de la température, de la longueur d'onde, de la direction d'observation, de la rugosité, de l'évolution de son état de surface en fonction de la température, de l'oxydation de la surface.

Les méthodes classiques pour déterminer la température par pyrométrie optique doivent prendre en compte l'émissivité. Il est donc nécessaire de connaître l'émissivité afin de déterminer la température avec précision. Or, l'émissivité n'est dans la plupart des cas pas connue. Pour pallier cette méconnaissance de l'émissivité un modèle d'émissivité adapté pour le matériau considéré peut être choisi.

Il est aussi possible d'accéder indirectement à l'émissivité, à l'instar de la méthode dite de la pyrорélectométrie, mise en œuvre dans ce travail.

La méthode de la pyrорélectométrie est donc adaptée pour des surfaces liquides afin d'en déterminer la température dans la gamme [1500 ; 2500 °C], grâce à l'évaluation spectrale des propriétés radiatives de la surface au travers de la mesure des réflectivités. La méthode de la pyrорélectométrie est une méthode ponctuelle, bien que des méthodes de cartographies thermiques de surfaces solides obtenues par pyrорélectométrie existent [13]. Cette méthode est couplée à la modélisation du système expérimental afin d'obtenir une évaluation de la cartographie thermique du système. En parallèle, la détermination analytique des incertitudes de mesures de température par

pyroréfectométrie permet d'estimer la fiabilité de celles-ci, et d'évaluer sa précision par rapport aux méthodes plus conventionnelles.

Plan

Cette thèse comporte trois volets : détermination expérimentale de la température, évaluation analytique des incertitudes, modélisation numérique des configurations expérimentales.

L'approche expérimentale consiste à adapter la méthode de la pyroréfectométrie pour la mesure de très hautes températures sur des surfaces liquides. Pour cela, ces mesures se basent sur la préparation détaillée et précise des essais au travers de diverses optimisations optiques, métrologiques et du protocole de réglage. Le processus d'adaptation de cette méthode à des mesures sur des surfaces liquides repose tout d'abord sur des matériaux solides, dont les propriétés radiatives sont connues, puis sur différents matériaux liquides recouvrant une large gamme de température [1500 ; 2500 °C] et des comportements radiatifs variés.

L'approche analytique d'évaluation des incertitudes consiste à déterminer les différentes sources d'incertitudes associées à la mesure de température par pyroréfectométrie. Cela implique les signaux mesurés, les étalonnages en température et en réflectivité et le modèle utilisé pour la détermination de la température en pyroréfectométrie. Cette évaluation de l'incertitude sur la température est directement reliée aux mesures effectuées afin de pouvoir les comparer à des points fixes et valider la méthode de la pyroréfectométrie sur des surfaces liquides.

L'approche de la modélisation numérique vient en complément des approches expérimentale et analytique d'évaluation des incertitudes afin de déterminer la cartographie thermique des configurations expérimentales. La méthode expérimentale est une mesure ponctuelle de la température à la surface de l'échantillon. Le modèle numérique quant à lui permet d'accéder à la température de la configuration modélisée dans les trois dimensions de l'espace. Une intercomparaison entre ce modèle numérique et les résultats expérimentaux est réalisée à partir d'échantillons solides.

Le plan du manuscrit se découpe en cinq chapitres :

Le *chapitre 1* introduit les principes fondamentaux nécessaires à la mesure de la température par des méthodes de pyrométrie optique. Une application à des corps réels est effectuée, ce qui permet de faire le lien avec la notion de réflectivité utilisé en pyroréfectométrie. Ensuite, une description des aspects métrologiques est réalisée en relation avec la mesure de température par des méthodes de pyrométrie optique, en mettant en évidence des outils d'étalonnage de dispositifs de mesure de très haute température.

Le *chapitre 2* aborde la théorie de la méthode de la pyroréfectométrie en détaillant le processus d'étalonnage et de mesures. L'évaluation mathématique de la température pyroréfectométrique, obtenue par combinaison des mesures de températures et de réflectivités, est explicitée par la description de la méthode de résolution numérique et graphique.

Le *chapitre 3* présente la méthode d'évaluation des incertitudes de mesures de la température en pyrométrie monochromatique, en pyrométrie bichromatique et en pyroréfectométrie. Pour cela, chaque source d'incertitude est identifiée et explicitée analytiquement. De plus, les méthodes de calculs des incertitudes composées sont détaillées et appliquées aux cas de la pyrométrie optique monochromatique et bichromatique puis à la pyroréfectométrie. Un budget d'incertitude est proposé permettant une comparaison des incertitudes entre les différentes méthodes de mesures de la température.

Le *chapitre 4* est consacré à la modélisation des configurations expérimentales à l'aide d'un modèle semi-analytique 0D et d'un modèle numérique éléments finis en géométrie 2D axisymétrique. Au sein de ces modèles, un couplage est effectué entre un volet électromagnétique, qui permet la description du chauffage électromagnétique par induction et un volet thermique, qui permet d'estimer par le

calcul la température du système considéré. Une étude de sensibilité sur les paramètres physiques et géométriques est effectuée à l'aide du modèle 0D. Une inter comparaison des deux modèles est menée sur une géométrie cylindrique simple. Un modèle adimensionnel est aussi proposé permettant de généraliser l'approche. Ensuite, une étude de la cartographie thermique de ce cylindre est proposée, avant d'adapter la géométrie pour représenter au mieux les conditions expérimentales. Le *chapitre 5* décrit la démarche expérimentale ayant permis d'obtenir les résultats de mesures de très hautes températures par pyruréflectométrie sur des surfaces liquides. Une description des moyens expérimentaux est tout d'abord effectuée ainsi que le procédé expérimental utilisé. Ensuite, la validation expérimentale du modèle 2D est démontrée à l'aide de mesures sur des échantillons solides. Enfin, les résultats obtenus par pyruréflectométrie sur des différents matériaux liquides sont présentés, détaillés, analysés et interprétés. Pour finir, des propositions d'améliorations de ces mesures sont données en perspectives de ce travail.

Chapitre 1

Fondamentaux sur la mesure radiative de très haute température

Sommaire

Introduction	9
1 Théorie du rayonnement.....	10
1.1 Définition de l'angle solide et notations	10
1.2 Grandeurs physiques fondamentales	11
1.2.1 Luminance spectrale et totale	11
1.2.2 Exitance (ou émittance) spectrale et totale	12
1.2.3 Eclairement spectral et total	12
1.2.4 Bilan des grandeurs physiques fondamentales.....	13
1.3 Lois du rayonnement.....	13
1.3.1 Loi générale de Planck.....	13
1.3.2 Loi simplifiée de Planck : la loi de Wien	15
1.3.3 Loi intégrale de Stefan-Boltzmann	16
1.3.4 Loi de Sakuma-Hattori	16
1.4 Le cas idéal du corps noir	16
2 Application aux corps réels.....	17
2.1 Propriétés radiatives des matériaux	18
2.1.1 Interaction rayonnement – matière.....	18
2.1.2 Lois de Kirchhoff	20
2.2 Définition de la réflectivité.....	21
2.2.1 Notion de BRDF	21
2.2.2 Notion de facteur de diffusion	22
2.3 Mesure de très hautes températures par pyrométrie optique	22
2.3.1 Pyrométrie monochromatique.....	23
2.3.2 Pyrométrie bichromatique	24

2.3.3	Erreur sur les températures en pyrométrie	25
3	Métrologie	26
3.1	Outils métrologiques à haute température	26
3.1.1	Corps noir	26
3.1.2	Cellules à points fixes eutectiques	27
3.1.3	Lampe à ruban de tungstène.....	28
3.1.4	Méthode SDWT	28
3.2	Mesure du rayonnement	29
3.3	Influence de l'environnement.....	30
4	État de l'art sur les moyens de mesure à très haute température	33
4.1	Pyrométrie à radiation totale.....	33
4.2	Pyrométrie monochromatique et bichromatique.....	33
4.3	Pyrométrie multispectrale	34
4.4	Pyrorélectométrie	34
4.5	Pyrorélectométrie monochromatique.....	35
4.6	Pyrométrie photothermique impulsionnelle	35
4.7	Pyrométrie à double modulation	36
4.8	Pyrométrie au point de Christiansen	36
4.9	Pyrométrie dans l'ultra-violet	36
4.10	Spectroscopie Raman	37
4.11	Bilan de l'état de l'art	37
	Conclusion.....	39

Introduction

Ce premier chapitre a pour but d'introduire les fondamentaux du rayonnement qui seront utilisés pour les mesures de très haute température. Le rayonnement d'un matériau permet d'estimer sa température à distance tout particulièrement lorsque celle-ci est élevée. Les conditions de mesures des très hautes températures peuvent en effet être extrêmes avec des milieux agressifs et un environnement exigü. La théorie du rayonnement permet de relier la température aux mesures de rayonnement. Les mesures de très hautes températures par radiométrie sont effectuées à l'aide d'un détecteur sensible au rayonnement d'une surface et fournissant un signal pouvant être relié directement à la luminance de cette surface. Les grandeurs physiques fondamentales ainsi que les lois du rayonnement sont ainsi détaillées dans un premier temps, au travers du cas idéal du corps noir. Ces lois sont ensuite appliquées aux corps réels conduisant à expliciter les propriétés radiatives des matériaux ainsi que la technique de la pyrométrie optique pour l'évaluation de la température. Dans un troisième temps, des aspects métrologiques liés à la mesure des très hautes températures sont abordés. Enfin la dernière partie est consacrée à un état de l'art des techniques de mesures des très hautes températures.

1 Théorie du rayonnement

La mesure du rayonnement permet d'évaluer la température d'un corps dont la température est supérieure à 0 K, zéro absolu au-delà duquel ses particules commencent à s'agiter. Grâce à cette agitation thermique, ces particules vont émettre des photons dans des états d'énergie plus élevés dont la fonction de répartition est donnée par la statistique de Bose-Einstein [14]. Le rayonnement d'un matériau est donc lié directement à sa température et correspond à l'émission de photons dont l'énergie dépend de l'agitation thermique des particules du matériau considéré [15]. L'énergie de ces photons émis est fonction de la longueur d'onde du rayonnement associé et l'émission a lieu sur tout le spectre de longueur d'onde, où la distribution dépend de la température du matériau. De plus, ces photons sont émis dans toutes les directions de façon homogène ou hétérogène et dépendent de la nature du matériau et de son état de surface. Le rayonnement peut donc être exprimé (voir paragraphe 1.3.1) pour toutes les directions d'émission, définies chacune selon un angle solide donné.

1.1 Définition de l'angle solide et notations

Le rayonnement est défini par l'émission de photons, particules sans masse ni charge, caractérisés par leur direction de propagation $\vec{\Omega}$ et leur longueur d'onde λ . On peut définir un angle solide $d\Omega$ centré autour de $\vec{\Omega}$ à partir d'une surface élémentaire dS vue depuis un point situé à une distance R de la surface [15]. L'angle solide est schématisé selon la figure 1.1 :

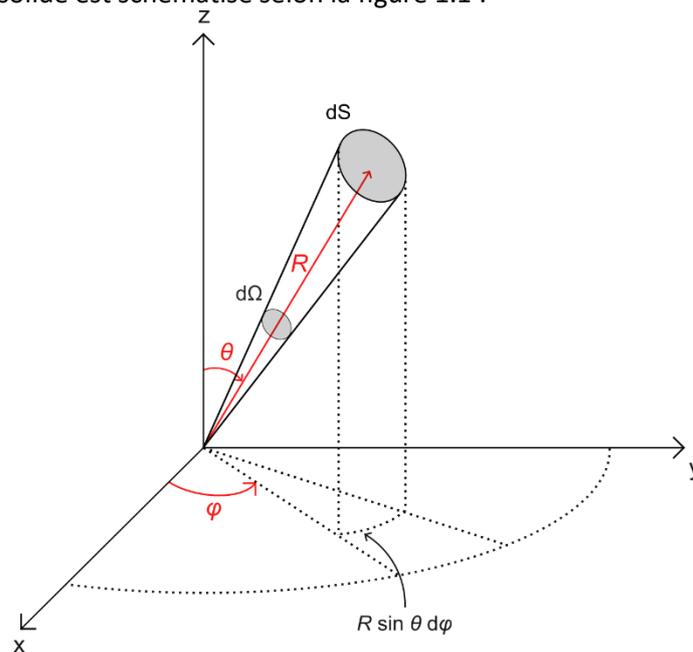


Figure 1.1 : Représentation schématique de l'angle solide.

L'angle solide $d\Omega$ peut s'exprimer en fonction de la surface élémentaire dS et du rayon R selon l'équation (1.2) :

$$d\Omega = \frac{dS}{R^2}. \quad (1.2)$$

En coordonnées sphériques (R, θ, φ) , la surface élémentaire dS s'écrit :

$$dS = R^2 \sin \theta \, d\theta \, d\varphi. \quad (1.3)$$

L'angle solide $d\Omega$ peut donc être écrit selon l'équation (1.4) :

$$d\Omega = \sin \theta \, d\theta \, d\varphi. \quad (1.4)$$

Le rayonnement d'une surface a lieu dans toutes les directions, qui peuvent chacune être exprimées sous un angle solide $d\Omega$ défini par la direction donnée (θ, φ) .

1.2 Grandeurs physiques fondamentales

Tout corps émet un rayonnement dans l'espace. Ce rayonnement peut être traduit en terme de flux radiatif qui dépend à la fois de la direction d'émission et de la longueur d'onde [15, 16]. Un flux radiatif $d\phi$ correspond au rayonnement émis ou reçu par une surface pour une longueur d'onde ou l'intégralité du spectre et au travers d'une surface donnée (définie par une direction $\vec{\Omega}$ et vue sous un angle solide $d\Omega$ ou intégrée sur tout l'hémisphère).

On appelle un flux radiatif directionnel $d\phi_\Omega$ si les photons considérés sont émis dans une direction $\vec{\Omega}$ et sous un angle solide $d\Omega$, et un flux radiatif hémisphérique $d\phi$ si toutes les directions sont considérées. On définit un flux spectral $d\phi_\lambda$ si les photons considérés sont émis pour un intervalle de longueur d'onde $d\lambda$ autour de λ , et un flux total si toutes les longueurs d'ondes sont considérées. Le tableau 1.1 résume les différents flux radiatifs précédemment définis.

On considère dans toute cette section que la surface élémentaire est vue depuis un point situé à une distance R de la surface, où $R = \|\vec{r}\|$ avec $\vec{r} = R \cdot \vec{\Omega} / \|\vec{\Omega}\|$.

Flux radiatif		Spectral (une longueur d'onde donnée)	Total (spectre entier)
Émis	Directionnel	$d^5 \phi_{\Omega, \lambda}$	$d^4 \phi_\Omega$
	Hémisphérique	$d^3 \phi_\lambda$	$d^2 \phi$
Reçu	Hémisphérique	$d^3 \phi_\lambda$	$d^2 \phi$

Tableau 1.1 : Résumé des différents flux radiatifs.

1.2.1 Luminance spectrale et totale

La luminance correspond au flux radiatif émis par une surface élémentaire dS , centré autour d'une direction $\vec{\Omega}$ sous un angle solide $d\Omega$ (voir figure 1.1). La luminance spectrale, notée $L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega})$, est définie selon l'équation (1.5) et correspond au flux radiatif spectral et directionnel $d^5 \phi_{\Omega, \lambda}$.

$$L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega}) = \frac{d^5 \phi_{\Omega, \lambda}}{dS \cos \theta \, d\Omega \, d\lambda} \quad (1.5)$$

avec :

- $L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega})$, la luminance spectrale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{sr}^{-1}$] de la surface élémentaire dS dans la direction $\vec{\Omega}$,
- $dS \cos \theta$, la surface apparente élémentaire émettant dans la direction considérée,
- $d\Omega = \sin \theta \, d\theta \, d\varphi$, l'angle solide,
- $d\lambda$, la longueur d'onde élémentaire.

La luminance totale, notée $L(\vec{r}, \vec{\Omega})$, est définie selon l'équation (1.6) et correspond au flux radiatif total et directionnel $d^4\phi_{\Omega}$.

$$L(\vec{r}, \vec{\Omega}) = \frac{d^4\phi_{\Omega}}{dS \cos \theta d\Omega'} \quad (1.6)$$

avec $L(\vec{r}, \vec{\Omega}) = \int_0^{\infty} L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega}) d\lambda$, luminance totale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{sr}^{-1}$] de la surface élémentaire dS dans la direction $\vec{\Omega}$.

1.2.2 Exitance (ou émittance) spectrale et totale

L'exitance (ou émittance) correspond au flux radiatif émis par une surface élémentaire dS dans toutes les directions de l'hémisphère normal à la surface considérée. L'exitance spectrale, notée $M_{\lambda}(\vec{r})$, est définie selon l'équation (1.7) et correspond au flux radiatif spectral et hémisphérique $d^3\phi_{\lambda}$.

$$M_{\lambda}(\vec{r}) = \frac{d^3\phi_{\lambda}}{dS d\lambda} = \iint_{\Omega} L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega}) \cos \theta d\Omega, \quad (1.7)$$

avec $M_{\lambda}(\vec{r}) = \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega}) \cos \theta \sin \theta d\theta d\varphi$, l'exitance spectrale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$] de la surface élémentaire dS dans toutes les directions.

L'exitance totale, notée $M(\vec{r})$, est définie selon l'équation (1.8) et correspond au flux radiatif total et hémisphérique $d^2\phi$.

$$M(\vec{r}) = \frac{d^2\phi}{dS}, \quad (1.8)$$

avec $M(\vec{r}) = \int_0^{\infty} M_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega}) d\lambda$, exitance totale [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$] de la surface élémentaire dS dans toutes les directions et pour toutes les longueurs d'ondes.

1.2.3 Éclairement spectral et total

L'éclairement correspond au flux radiatif reçu par une surface élémentaire dS et provenant de toutes les directions. L'éclairement spectral, noté $E_{\lambda}(\vec{r})$ est défini selon l'équation (1.9) et correspond au flux radiatif spectral et hémisphérique $d^3\phi_{\lambda}$ reçu par la surface considérée.

$$E_{\lambda}(\vec{r}) = \frac{d^3\phi_{\lambda}}{dS d\lambda}, \quad (1.9)$$

avec $E_{\lambda}(\vec{r}) = \int_{\theta=0}^{\pi/2} \int_{\varphi=0}^{2\pi} L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega}) \cos \theta \sin \theta d\theta d\varphi$, l'éclairement spectral [$\text{W} \cdot \text{m}^{-3}$] d'une surface élémentaire dS provenant de toutes les directions, où $L_{\lambda}(\vec{r}, \vec{\Omega})$ correspond à la luminance spectrale associée au flux radiatif reçu par la surface élémentaire dS .

L'éclairement total, noté $E(\vec{r})$, est défini selon l'équation (1.10) et correspond au flux radiatif total et hémisphérique $d^2\phi$ reçu par la surface considérée.

$$E(\vec{r}) = \frac{d^2\phi}{dS}, \quad (1.10)$$

avec $E(\vec{r}) = \int_0^{\infty} E_{\lambda}(\vec{r}) d\lambda$, éclairement total [$\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$] d'une surface élémentaire dS provenant de toutes les directions.

1.2.4 Bilan des grandeurs physiques fondamentales

Les grandeurs physiques définies précédemment peuvent être classées en fonction de la géométrie du flux dont elles dépendent (directionnel ou hémisphérique), de la direction du flux (émis ou reçu) et de la nature spectrale du flux (spectral ou total). Toutes les grandeurs sont résumées dans le tableau 1.2 ci-après. Ces grandeurs fondamentales peuvent toutes être reliées à la luminance spectrale $L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega})$ qui est la grandeur mesurable et permet de déterminer la température de la surface considérée.

Géométrie du flux		Flux spectral (une longueur d'onde donnée)	Flux total (spectre entier)
Émis	Directionnel	Luminance spectrale $L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega})$	Luminance totale $L(\vec{r}, \vec{\Omega})$
	Hémisphérique	Exitance spectrale $M_\lambda(\vec{r})$	Exitance totale $M(\vec{r})$
Reçu	Hémisphérique	Éclairement spectral $E_\lambda(\vec{r})$	Éclairement total $E(\vec{r})$

Tableau 1.2 : Résumé des différentes grandeurs du rayonnement.

1.3 Lois du rayonnement

Le rayonnement d'une surface peut être décrit par plusieurs lois, définies dans cette section, exprimant des grandeurs mesurables liées au rayonnement, telles que la luminance, et pouvant être exprimées en fonction de la température vraie de la surface considérée. En métrologie, on parle de valeur vraie d'une grandeur comme une valeur qui est compatible avec la définition de cette grandeur [17]. La valeur vraie est considérée comme unique.

1.3.1 Loi générale de Planck

Les photons provenant d'une surface chaude sont émis dans toutes les directions et sur l'intégralité du spectre. La distribution énergétique de ces photons, caractérisés par leur longueur d'onde, est définie par la statistique de Bose-Einstein. La distribution spectrale issue de cette statistique peut être reliée à la loi de Planck [15, 18], déterminée en 1900 soit une vingtaine d'année avant la théorie de Bose [14]. La loi de Planck pour un corps noir (voir paragraphe 1.4) exprime la luminance spectrale $L^0(T, \lambda)$ en fonction de la température T et de la longueur d'onde λ et s'écrit selon l'équation (1.11). Il s'agit d'une seconde façon pour définir la luminance spectrale après la définition au travers du flux radiatif détaillée au paragraphe 1.2.1. La définition à partir de la loi de Planck est utilisée pour déterminer la température à partir de la luminance spectrale.

$$L^0(T, \lambda) = \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1}, \quad (1.11)$$

où C_1 et C_2 sont des constantes définies comme :

- $C_1 = 2hc^2 = 1,19104 \cdot 10^{-16} \text{ W} \cdot \text{m}^2$,
- $C_2 = \frac{hc}{k_B} = 1,4388 \cdot 10^{-2} \text{ m} \cdot \text{K}$;

avec :

- $h \approx 6,626 \cdot 10^{-34}$ J.s, la constante de Planck,
- $c \approx 3 \cdot 10^8$ m/s, la vitesse de la lumière dans le vide,
- $k_B \approx 1,38 \cdot 10^{-23}$ J/K, la constante de Boltzmann.

La luminance spectrale en $W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1}$ peut être représentée en fonction de la longueur d'onde et pour différentes températures. Dans la figure 1.2, la luminance spectrale, calculée à partir de la loi de Planck, est représentée pour des températures allant de 1000 à 2500°C et en fonction de la longueur d'onde de 0 à 6 μm . On peut constater que l'énergie des photons associée au rayonnement pour une température donnée s'étale sur tout le spectre de longueur d'onde en présentant une distribution hétérogène.

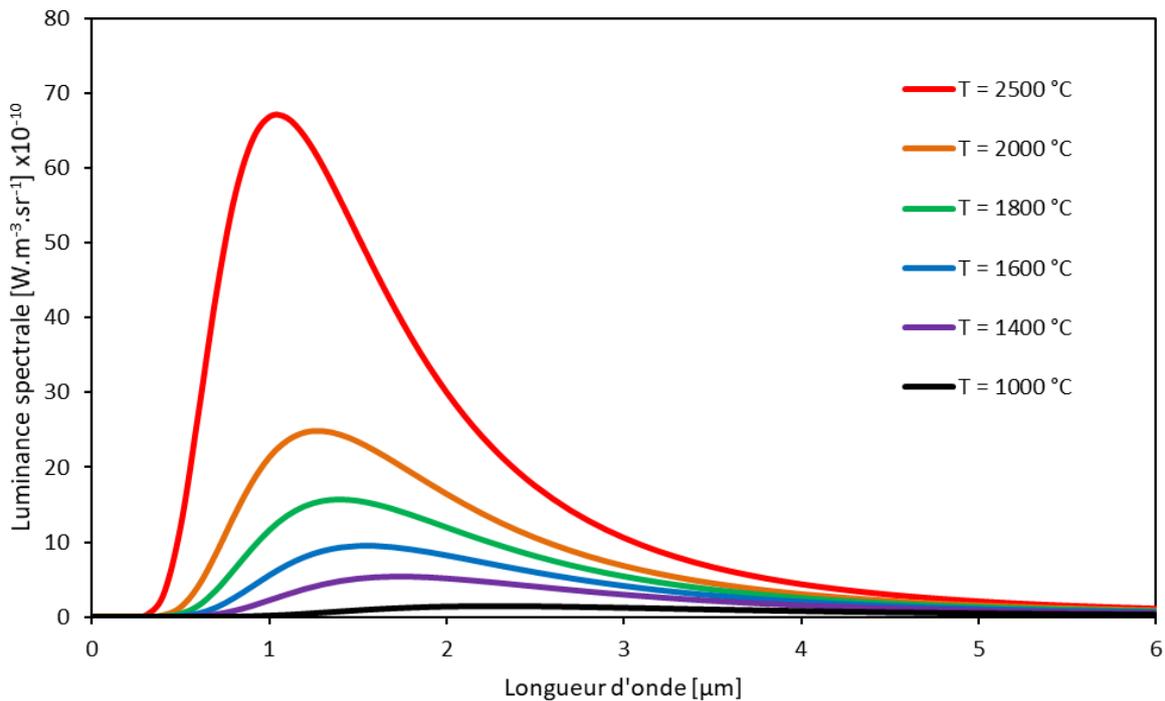


Figure 1.2 : Luminance spectrale calculée par la loi de Planck à différentes températures.

La luminance spectrale passe par un maximum qui augmente avec la température. Ce maximum de luminance se déplace vers les longueurs d'ondes courtes lorsque la température augmente. Il est possible d'établir une relation entre la longueur d'onde du maximum de luminance et la température, selon la loi du déplacement de Wien [15] décrite dans l'équation (1.12) avec la longueur d'onde λ_m exprimée en μm :

$$\lambda_m T = 2898 \mu m \cdot K. \quad (1.12)$$

Le maximum de luminance pour une température donnée peut être calculée en fonction de la température et exprimée selon l'équation (1.13) :

$$L_{\lambda_m}^0(T) = B_m T^5, \quad (1.13)$$

avec $B_m \approx 4,1 \cdot 10^{-6} W \cdot m^{-3} \cdot sr^{-1} \cdot K^{-5}$.

Les équations (1.12) et (1.13) sont démontrées respectivement dans les annexes A.1 et A.2.

1.3.2 Loi simplifiée de Planck : la loi de Wien

La loi de Planck donnée dans l'équation (1.11) peut s'avérer délicate à utiliser dans les calculs analytiques et coûteuse en temps de calcul. Il est possible dans certains cas d'utiliser la version simplifiée de la loi de Planck, nommée loi de Wien [16] et donnée dans l'équation (1.14) :

$$L^0(T, \lambda) = \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \exp\left(-\frac{C_2}{\lambda T}\right). \quad (1.14)$$

L'écart relatif de la loi de Wien par rapport à la loi de Planck en terme de température peut être calculé afin de déterminer le domaine de validité en température et en longueur d'onde pour lequel la loi de Wien est valide. Cet écart relatif a été calculé pour des températures comprises entre 800 et 3000°C et pour des longueurs d'ondes comprises entre 0,8 et 2 μm et figure dans le tableau 1.3.

T [°C] \ λ [μm]	800	1000	1500	2000	2500	3000
0,8	0,00	0,00	0,00	0,00	0,02	0,07
0,9	0,00	0,00	0,00	0,01	0,05	0,15
1	0,00	0,00	0,00	0,03	0,11	0,28
1,1	0,00	0,00	0,01	0,05	0,19	0,45
1,2	0,00	0,00	0,02	0,10	0,30	0,68
1,3	0,00	0,00	0,03	0,16	0,45	0,97
1,4	0,00	0,00	0,05	0,24	0,65	1,32
1,5	0,00	0,01	0,08	0,34	0,88	1,72
1,55	0,00	0,01	0,10	0,41	1,01	1,95
1,6	0,00	0,01	0,12	0,47	1,16	2,18
1,7	0,00	0,02	0,18	0,63	1,48	2,69
1,8	0,01	0,03	0,24	0,82	1,83	3,25
1,9	0,01	0,04	0,32	1,03	2,23	3,85
2	0,02	0,06	0,42	1,28	2,66	4,49

Tableau 1.3 : Écart relatif [%] en température de la loi de Wien par rapport à la loi de Planck. Le vert correspond à un écart relatif en température inférieure à 0,05%. Le jaune correspond à un écart relatif inférieur à 0,5 %. Le rouge correspond à un écart relatif inférieur à 5%.

L'approximation de Wien est valable à 1% près, si :

- $[T < 2000^\circ\text{C} ; \lambda < 1,8 \mu\text{m}]$,
- $[T < 2500^\circ\text{C} ; \lambda < 1,55 \mu\text{m}]$,
- $[T < 3000^\circ\text{C} ; \lambda < 1,3 \mu\text{m}]$.

L'approximation de Wien est valable à 2% près, si :

- $[T < 2500^\circ\text{C} ; \lambda < 1,8 \mu\text{m}]$,
- $[T < 3000^\circ\text{C} ; \lambda < 1,55 \mu\text{m}]$.

Expérimentalement, le choix des longueurs d'ondes est souvent effectué autour du maximum de luminance pour la gamme de température considérée. Étant donné que le maximum de luminance se décale vers les courtes longueurs d'ondes (1 μm à 2600°C environ), cela permet d'effectuer raisonnablement l'approximation de Wien. Le terme d'erreur supplémentaire dû à cette approximation est donc limité à 1-2% environ pour des températures comprises entre 1000 et 3000°C.

1.3.3 Loi intégrale de Stefan-Boltzmann

Les mesures de température sont effectuées expérimentalement à partir de la luminance spectrale. Pour effectuer la modélisation des transferts thermiques à l'échelle d'un système chaud, la température est déterminée à partir de l'exitance totale, qui prend en compte toutes les directions et toutes les longueurs d'ondes.

La loi de Stefan-Boltzmann exprime donc l'exitance totale M^0 en fonction de la température selon l'équation (1.15) [15] :

$$M^0 = \sigma_B T^4, \quad (1.15)$$

avec $\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-4}$, la constante de Stefan-Boltzmann.

La constante de Stefan-Boltzmann σ_B est définie par l'intégration de la loi de Planck sur tout le spectre de longueur d'onde dont la démonstration est faite dans l'annexe A.3.

1.3.4 Loi de Sakuma-Hattori

Expérimentalement, la température est la grandeur d'intérêt dans le cadre de ce travail. Cependant, la grandeur mesurée est la luminance spectrale. L'étalonnage des dispositifs métrologiques de température est donc réalisé sur la luminance spectrale, qui peut être exprimée à partir de la loi de Planck ou d'une version modifiée pour en déduire la température. D'après les données de la littérature [19, 20, 21, 22], la meilleure équation d'étalonnage pour les pyromètres optiques est la loi de Sakuma-Hattori, qui est une version de la loi de Planck où la longueur d'onde est une longueur d'onde dite effective et dépendante de la température. Cette dépendance de la longueur d'onde à la température s'écrit sous la forme :

$$\lambda = k_2 + \frac{k_3}{T}, \quad (1.16)$$

avec k_2 et k_3 des constantes, exprimées respectivement en [m] et [m. K].

Ceci permet d'écrire l'équation de Sakuma-Hattori pour un signal mesuré $S_\lambda(T)$ en [V] à la longueur d'onde λ et à la température T , où $S_\lambda(T)$ est directement proportionnel à la luminance spectrale :

$$S_\lambda(T) = \frac{k_1}{\exp\left(\frac{C_2}{k_2 T + k_3}\right) - 1}, \quad (1.17)$$

avec k_1 , une constante exprimée en [V].

Les différentes lois du rayonnement décrites dans ce paragraphe 1.3 déterminent la température vraie, à partir d'une mesure unique de luminance, uniquement pour des corps idéaux, tel que le corps noir, dont l'émissivité de la surface est égale à un.

1.4 Le cas idéal du corps noir

Un corps noir est un corps idéal qu'on peut décrire comme une source isotrope de rayonnement qui absorbe et réémet l'intégralité du rayonnement [15]. La luminance spectrale d'un corps noir peut s'écrire $L_\lambda(\vec{r}, \vec{\Omega}) = L_\lambda(\vec{r})$ où \vec{r} est la coordonnée radiale correspondant à la distance à laquelle la surface est observée. Étant donné que le rayonnement d'un corps noir ne dépend pas des coordonnées angulaires, il est possible de déterminer son exitance spectrale $M_\lambda(\vec{r})$ à partir de l'équation (1.7) en fonction de la luminance spectrale $L_\lambda(\vec{r})$ de la façon suivante : $M_\lambda(\vec{r}) = \pi L_\lambda(\vec{r})$.

Pour un corps noir à une température T et observé à la longueur d'onde λ , son exittance spectrale s'écrit :

$$M^0(T, \lambda) = \pi L^0(T, \lambda). \quad (1.18)$$

En pratique il est possible de s'approcher d'un corps noir en utilisant un matériau à émissivité élevée et présentant une cavité, comme schématisé dans la figure 1.3 :

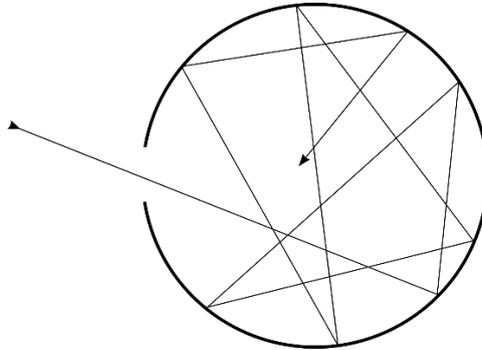


Figure 1.3 : Schéma simplifié d'une cavité de corps noir.

Le corps noir est un corps idéal où l'application des lois du rayonnement s'avère relativement aisée. Il s'agit ainsi d'une référence pour l'étalonnage des dispositifs de mesures de la température. Dans le cadre de ce travail, il s'agira d'une des références utilisées pour l'étalonnage en température.

2 Application aux corps réels

L'évaluation de la température d'un corps réel se fait de la même façon que pour le cas idéal du corps noir à partir de la mesure de la luminance spectrale $L(T, \lambda)$ de la surface considérée. L'application des lois du rayonnement est cependant bien plus complexe à mettre en œuvre puisqu'il faut prendre en compte l'émissivité de la surface, détaillée en 2.1.2, laquelle peut varier significativement selon la longueur d'onde et la température. L'émissivité d'une surface $\epsilon(T, \lambda)$ est définie comme le rapport de la luminance du corps réel $L(T, \lambda)$ à la luminance de corps noir $L^0(T, \lambda)$, évaluée à la même température selon l'équation (1.19) :

$$\epsilon(T, \lambda) = \frac{L(T, \lambda)}{L^0(T, \lambda)}. \quad (1.19)$$

La comparaison du rayonnement d'un corps réel par rapport à un corps noir est schématisée dans la figure 1.4 pour une même température.

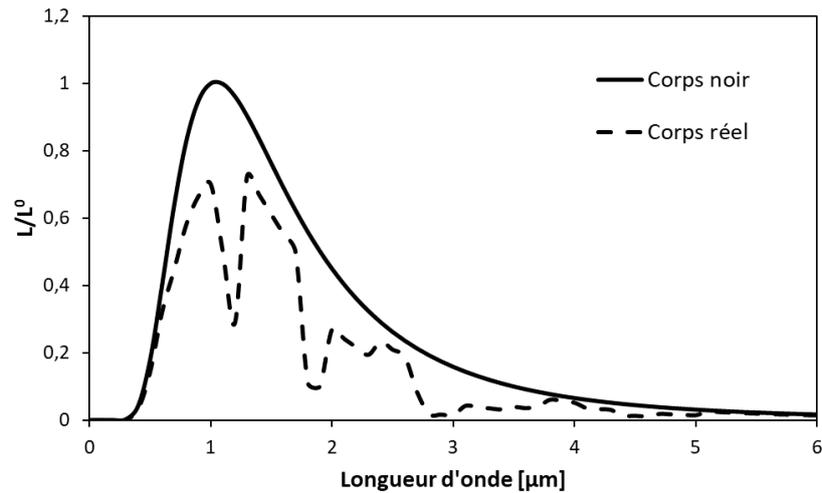


Figure 1.4 : Rayonnement d'un corps réel comparé à celui d'un corps noir.

L'évaluation de la température à partir de la luminance spectrale pour un corps réel est conditionnée par l'évaluation de l'émissivité. Or, l'émissivité ne dépend pas uniquement de la longueur d'onde et de la température, mais aussi de la rugosité de la surface, de l'angle de mesure, des changements de phases, de l'atmosphère ambiante [15, 16], de l'oxydation [23]... L'émissivité n'est donc, dans la plupart des cas, pas connue. Cela rend difficile l'évaluation de la température à partir de la luminance spectrale d'un corps réel. Certaines techniques de mesures de très haute température (voir paragraphe 4) nécessitent donc la connaissance des propriétés radiatives de la surface considérée afin de déterminer indirectement l'émissivité. Le paragraphe suivant définit les grandeurs nécessaires à l'évaluation des propriétés radiatives d'une surface.

2.1 Propriétés radiatives des matériaux

Les propriétés radiatives d'une surface sont essentielles pour effectuer des mesures de température avec une grande précision. Pour cela, ce paragraphe est dédié à la définition de ces propriétés radiatives ainsi qu'aux lois d'interaction rayonnement – matière associées.

2.1.1 Interaction rayonnement – matière

L'interaction entre un rayonnement électromagnétique et la matière conduit à la séparation de ce rayonnement incident en trois parties [15], comme schématisé dans la figure 1.5. Les rayons représentés sur ce schéma correspondent aux directions préférentielles définies par les lois de Snell-Descartes pour des réflexions spéculaires.

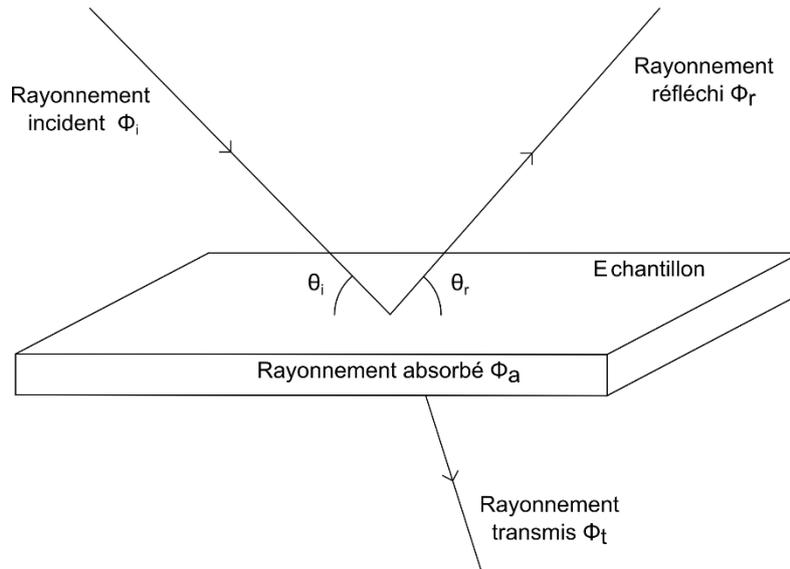


Figure 1.5 : Interaction rayonnement – matière.

Le rayonnement incident ϕ_i est divisé en une partie réfléchi, une partie absorbée et une partie transmise.

Le *flux réfléchi* ϕ_r correspond au rayonnement qui est directement réfléchi par la surface considérée sans interaction supplémentaire avec le matériau. A ce flux réfléchi, on associe un coefficient de réflectivité directionnelle hémisphérique $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$. Ce coefficient caractérise la réflexion dans l'hémisphère entier Ω d'un rayonnement incident provenant de la direction θ_i et qui dépend à la fois de la température et de la longueur d'onde et s'exprime selon l'équation (1.20),

$$\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) = \frac{\phi_r}{\phi_i}. \quad (1.20)$$

La réflectivité de la surface du matériau considéré dépend entre autres de l'état de surface et notamment de la rugosité. Une surface est dite spéculaire si la réflexion du rayonnement a lieu préférentiellement dans la direction de réflexion définie par l'optique géométrique classique. Les lois de la réflexion de Snell-Descartes peuvent alors être appliquées. Ce type de matériau présente une faible rugosité comparée à la longueur d'onde du rayonnement. A l'inverse, une surface est dite diffuse ou Lambertienne si le rayonnement se produit de façon isotropique dans l'espace.

Le *flux absorbé* ϕ_a correspond au rayonnement qui est absorbé dans le matériau. Il y a donc conversion du rayonnement électromagnétique incident en énergie thermique dans le matériau. A ce flux absorbé, on associe un coefficient d'absorption directionnelle $\alpha^{\theta_i}(T, \lambda)$. Ce coefficient caractérise l'absorption d'un rayonnement incident provenant de la direction θ_i et qui dépend à la fois de la température et de la longueur d'onde et s'exprime selon l'équation (1.21),

$$\alpha^{\theta_i}(T, \lambda) = \frac{\phi_a}{\phi_i}. \quad (1.21)$$

Le *flux transmis* ϕ_t correspond au rayonnement qui est transmis à travers le matériau. A ce flux transmis, on associe un coefficient de transmission directionnelle hémisphérique $\tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$. Ce coefficient caractérise la transmission dans l'hémisphère entier d'un rayonnement incident provenant de la direction θ_i et traversant l'épaisseur du matériau. Il dépend à la fois de la température et de la longueur d'onde et s'exprime selon l'équation (1.22),

$$\tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) = \frac{\phi_t}{\phi_i}. \quad (1.22)$$

Le coefficient de transmission s'applique uniquement pour des matériaux transparents ou semi-transparentes. Pour un corps transparent à la longueur d'onde λ , le coefficient $\tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$ est égal à un, alors que pour un corps opaque le coefficient $\tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$ est nul.

Finalement, le rayonnement électromagnétique se décompose en une partie réfléchie et une partie non-réfléchie. La partie non-réfléchie est diffusée dans l'épaisseur du matériau. Une fraction de cette partie non-réfléchie est absorbée et l'autre fraction est transmise à l'extérieur du matériau, si le coefficient de transmission est non nul. Les fractions du rayonnement absorbée et transmise sont donc dépendantes de l'épaisseur de l'échantillon considéré.

2.1.2 Lois de Kirchhoff

La décomposition du flux incident ϕ_i en trois composantes, décrites dans le paragraphe précédent, permet d'effectuer le bilan d'énergie suivant :

$$\phi_i = \phi_r + \phi_a + \phi_t. \quad (1.23)$$

Il est possible de diviser l'équation précédente par ϕ_i afin de la réécrire avec les trois coefficients définis au paragraphe précédent et obtenir la première loi de Kirchhoff [15] :

$$\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) + \alpha^{\theta_i}(T, \lambda) + \tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) = 1, \quad (1.24)$$

avec :

- $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$, la réflectivité directionnelle hémisphérique pour une direction d'incidence θ_i ,
- $\alpha^{\theta_i}(T, \lambda)$, l'absorption directionnelle pour une direction d'incidence θ_i ,
- $\tau^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$, la transmission directionnelle hémisphérique pour une direction d'incidence θ_i .

On suppose à partir de maintenant et dans la suite du manuscrit que le corps est opaque à la longueur d'onde λ . À l'équilibre thermodynamique, le matériau considéré réémet donc toute l'énergie absorbée sous la forme de rayonnement électromagnétique. La deuxième loi de Kirchhoff [15] introduite dans ce cas stipule l'égalité entre l'absorption directionnelle $\alpha^{\theta_i}(T, \lambda)$ et l'émissivité directionnelle $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$ du matériau considéré :

$$\alpha^{\theta_i}(T, \lambda) = \epsilon^{\theta_i}(T, \lambda), \quad (1.25)$$

avec :

- $0 \leq \epsilon \leq 1$,
- θ_i , la direction d'incidence pour $\alpha^{\theta_i}(T, \lambda)$ et d'émission pour $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$.

L'énergie absorbée dans le matériau est convertie en énergie électromagnétique rayonnée à la longueur d'onde λ . L'émissivité $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$ d'une surface à la température T est une propriété intrinsèque à un matériau. Elle a été définie dans l'équation (1.19) comme le rapport de la luminance émise par une surface par rapport à la luminance d'un corps noir à la même température. L'émissivité d'une surface à une température donnée est donc égale à l'unité lorsque celle-ci émet le maximum de rayonnement possible au vu de sa température. L'émissivité d'une surface est nulle si elle n'émet aucun rayonnement [15].

La luminance d'un corps réel s'exprime en fonction de la température et de la longueur d'onde à partir des équations (1.11) et (1.19).

$$L(T, \lambda) = \epsilon(T, \lambda)L^0(T, \lambda). \quad (1.26)$$

L'évaluation précise de la température d'un corps réel est donc possible grâce à la loi de Planck, qui exprime la luminance de corps noir $L^0(T, \lambda)$ et l'estimation de l'émissivité $\epsilon(T, \lambda)$ au travers des lois de Kirchhoff.

L'émissivité d'une surface est un paramètre indispensable pour la détermination précise de la température. Le paragraphe suivant présente une description de la réflectivité, qui peut être une fonction difficile à caractériser, mais qui est indispensable à l'évaluation de l'émissivité.

2.2 Définition de la réflectivité

De la même manière que pour les grandeurs physiques fondamentales (voir tableau 1.2), on peut définir la réflectivité comme directionnelle ou hémisphérique ainsi que spectrale ou totale.

La réflectivité bidirectionnelle s'écrit $\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)$, elle correspond à la réflexion d'un rayonnement provenant de la direction d'incidence θ_i et se réfléchissant dans la direction θ_r .

La réflectivité directionnelle hémisphérique s'écrit $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$ et correspond à la réflexion d'un rayonnement provenant de la direction d'incidence θ_i et se réfléchissant dans toutes les directions.

La réflectivité spectrale est déterminée pour une longueur d'onde donnée, alors que la réflectivité totale intègre toutes les longueurs d'ondes.

2.2.1 Notion de BRDF

La description de la réflectivité d'un rayonnement provenant d'une direction θ_i sur une surface donnée est une fonction complexe qui est appelé BRDF [13], soit en anglais *Bidirectional Reflectivity Distribution Function*. Il s'agit de la fonction de distribution des réflectivités dans tout l'hémisphère. La BRDF est exprimée comme le rapport de la luminance dans une direction \vec{y} et de l'éclairement depuis une direction \vec{x} , comme indiquée dans la figure 1.6 :

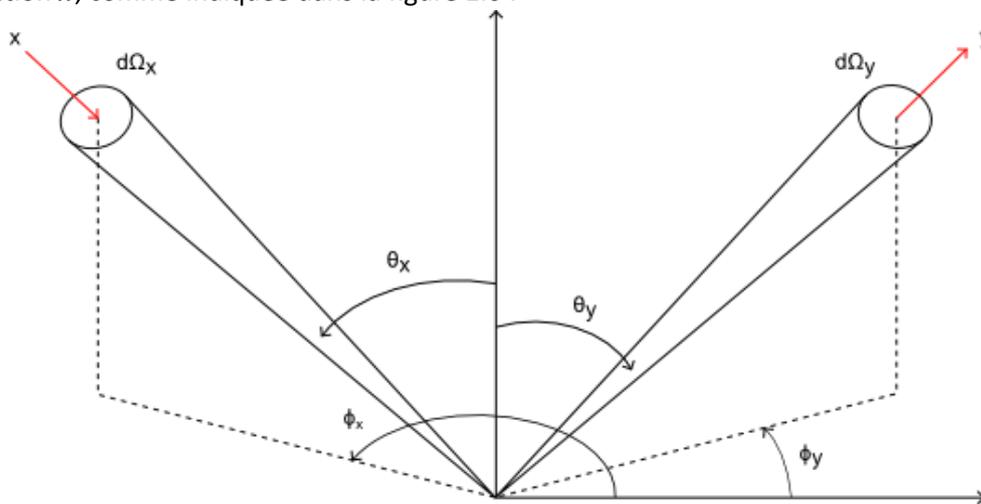


Figure 1.6 : Représentation schématique de la BRDF pour une direction d'incidence \vec{x} et dans une direction de réflexion \vec{y} .

L'expression mathématique de la BRDF est donnée dans l'équation (1.27) :

$$BRDF^{\vec{x}, \vec{y}}(\lambda, T) = \frac{dL^{\vec{y}}(\lambda, T)}{dE^{\vec{x}}(\lambda, T)}, \quad (1.27)$$

avec $L^{\vec{y}}$ la luminance émise par la surface dans la direction \vec{y} et $E^{\vec{x}}$ l'éclairement de la surface depuis la direction \vec{x} .

La BRDF est donnée pour un élément d'angle solide et exprimée en sr^{-1} . La réflectivité directionnelle hémisphérique $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$, donnée dans l'équation (1.20), est une valeur de la BRDF pour une direction d'incidence θ_i et intégrée sur tout l'hémisphère. Elle s'écrit :

$$\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) = \int_{\Omega} BRDF^{\theta_i, \theta}(\lambda, T) \cos \theta \, d\Omega. \quad (1.28)$$

2.2.2 Notion de facteur de diffusion

La réflectivité peut être mesurée en pratique grâce à un capteur dont le cône de réception peut présenter une ouverture limitée. La réflectivité mesurée est donc une réflectivité bidirectionnelle, alors que d'après la loi de Kirchhoff, il faudrait pouvoir mesurer la réflectivité hémisphérique. Or les mesures de réflectivités hémisphériques sont complexes à réaliser expérimentalement et nécessitent l'utilisation de sphères intégrantes développées par des laboratoires de métrologie [24] afin de mesurer la réflectivité dans plusieurs directions de réflexion. Une relation entre la réflectivité hémisphérique $\rho^{\theta_i, \Omega}$ et la réflectivité bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}$ est donc définie dans la suite de ce paragraphe afin de relier l'émissivité $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$ à la réflectivité bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}$.

Pour un corps opaque, les deux lois de Kirchhoff (1.24) et (1.25) permettent d'écrire :

$$\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda) = 1 - \rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda), \quad (1.29)$$

avec :

- $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$, l'émissivité dans la direction θ_i ,
- $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$, la réflectivité directionnelle hémisphérique depuis la direction d'incidence θ_i .

La réflectivité directionnelle hémisphérique $\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)$ peut être exprimée à partir de la fonction de distribution $BRDF^{\theta_i, \theta}(T, \lambda)$, intégrée pour tous les angles θ , selon l'équation (1.28) :

On fait l'hypothèse que la fonction de distribution $BRDF^{\theta_i, \theta}(T, \lambda)$ peut s'écrire comme le produit de deux fonctions [25] : la réflectivité bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)$ et la distribution angulaire ou l'indicatrice de réflexion $f(\theta)$.

$$BRDF^{\theta_i, \theta}(T, \lambda) = \rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda) f(\theta), \quad (1.30)$$

où θ_r est la direction de réflexion correspondant à la direction de mesure.

L'équation (1.28) peut être réécrite sous la forme suivante :

$$\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda) = \rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda) \int_{\Omega} f(\theta) \cos \theta \, d\Omega. \quad (1.31)$$

Finalement, un facteur de diffusion [26] est défini afin d'exprimer la réflectivité directionnelle hémisphérique en fonction de la réflectivité bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}$:

$$\eta_d(T, \lambda) = \int_{\Omega} f(\theta) \cos \theta \, d\Omega = \frac{\rho^{\theta_i, \Omega}(T, \lambda)}{\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)}. \quad (1.32)$$

L'utilisation d'un facteur de diffusion permet d'avoir une relation simple entre la réflectivité hémisphérique, nécessaire pour l'évaluation de la température à partir de la luminance spectrale, et la réflectivité bidirectionnelle mesurable plus simplement.

La réflectivité et l'émissivité étant des fonctions, il s'avère nécessaire de choisir un modèle sur l'émissivité afin de déterminer la température d'un corps réel et prendre en compte la capacité radiative de sa surface.

2.3 Mesure de très hautes températures par pyrométrie optique

Dans le cadre de ce travail, la zone de mesure des très hautes températures commence lorsque le rayonnement devient le principal mode de transfert d'énergie, soit vers 1000°C environ, et fini à la limite haute d'étalonnage des dispositifs de mesures par rayonnement, soit 3000°C maximum. Les très

hautes températures sont communément mesurées à l'aide de pyromètres optiques [27], qui ont l'avantage de permettre des mesures à distance, s'affranchissant ainsi d'éventuelles conditions extrêmes ou d'environnements exigües. Cependant, l'inconvénient de la méthode de la pyrométrie optique est qu'elle ne donne pas directement la température réelle du matériau en raison de la méconnaissance de son émissivité. La température vraie peut être estimée avec précision, si les émissivités sont connues, à partir des équations données dans les paragraphes 2.3.1 et 2.3.2 ci-dessous. Par la suite, l'utilisation du terme « pyrométrie » réfèrera systématiquement à des mesures à distance par pyrométrie optique.

2.3.1 Pyrométrie monochromatique

La pyrométrie monochromatique consiste à mesurer la luminance spectrale $L(T, \lambda)$ d'un corps à une température T et à la longueur d'onde λ . Un pyromètre monochromatique donne une température appelée température de luminance de corps noir et notée T_λ . Dans la suite de ce document, cette température sera appelée température de luminance. Il s'agit de la température qu'aurait le corps noir ayant la même luminance spectrale $L^0(T_\lambda, \lambda)$ que celle $L(T, \lambda)$ du corps réel. Cela revient à écrire à partir de l'équation (1.19) :

$$\underbrace{L(T, \lambda)}_{\text{mesurée}} = \epsilon(T, \lambda)L^0(T, \lambda) = L^0(T_\lambda, \lambda). \quad (1.33)$$

La combinaison des équations (1.11) et (1.33) permet de relier la température T du matériau à la température de luminance T_λ , qui est mesurée indirectement au travers de la luminance spectrale $L(T, \lambda)$, selon l'équation (1.34), dont la démonstration se trouve en annexe B.1.

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_\lambda} + \frac{\lambda}{C_2} \ln(\epsilon(T, \lambda)), \quad (1.34)$$

avec :

- T , la température vraie,
- T_λ , la température de luminance,
- $\epsilon(T, \lambda)$, l'émissivité à la longueur d'onde λ .

Etant donné que l'émissivité est comprise entre zéro et un, la température de luminance T_λ est nécessairement inférieure à la température vraie T . Ces deux températures sont égales dans le cas d'un corps noir, où l'émissivité vaut un. L'écart entre la température de luminance T_λ et la température vraie T est représenté entre 1000 et 3000K dans la figure 1.7, pour une longueur d'onde de 1,3 μm et pour plusieurs valeurs d'émissivités.

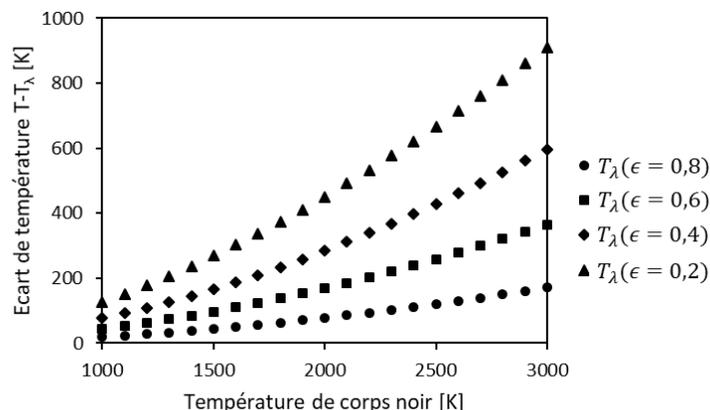


Figure 1.7 : Écart de température entre la température de luminance T_λ et la température vraie T en fonction de l'émissivité ϵ à la longueur d'onde de 1,3 μm .

En pratique, il est possible de fixer une émissivité si elle est connue ou de choisir un modèle d'émissivité supposée refléter le comportement radiatif de la surface considérée. L'erreur sur la température est donc liée directement à l'erreur effectuée sur le choix de l'émissivité.

D'autres méthodes existent, comme la pyrométrie bichromatique (à deux longueurs d'ondes), où les modèles d'émissivités sont, dans certains cas, plus représentatifs des caractéristiques radiatives.

2.3.2 Pyrométrie bichromatique

La pyrométrie bichromatique consiste à mesurer la luminance spectrale $L(T, \lambda)$ d'un corps à une température T et à deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 . Cela permet d'écrire le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} L(T, \lambda_1) = \epsilon(T, \lambda_1)L^0(T, \lambda_1) = L^0(T_{\lambda_1}, \lambda_1), \\ L(T, \lambda_2) = \epsilon(T, \lambda_2)L^0(T, \lambda_2) = L^0(T_{\lambda_2}, \lambda_2). \end{cases} \quad (1.35)$$

Un pyromètre bichromatique délivre une température appelée température bichromatique, notée T_c . Elle est parfois appelée température de couleur. Il s'agit de la température définie telle que le rapport des luminances spectrales pour le corps noir à la température bichromatique T_c et aux deux longueurs d'ondes soit égale au rapport des luminances spectrales du matériau considéré à la température T et aux deux longueurs d'ondes. Cela revient à écrire à partir de l'équation (1.19) :

$$\frac{L(T, \lambda_2)}{L(T, \lambda_1)} = \frac{\epsilon(T, \lambda_2)L^0(T, \lambda_2)}{\epsilon(T, \lambda_1)L^0(T, \lambda_1)} = \frac{L^0(T_c, \lambda_2)}{L^0(T_c, \lambda_1)}. \quad (1.36)$$

La combinaison de l'équation (1.36) et de la loi de Wien permet de déterminer la relation entre la température vraie T et la température bichromatique T_c , selon l'équation (1.37), dont la démonstration se trouve en annexe B.2.

$$\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_c}\right) \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right) = \frac{1}{C_2} \ln \left(\frac{\epsilon(T, \lambda_1)}{\epsilon(T, \lambda_2)}\right). \quad (1.37)$$

avec :

- T , la température vraie,
- T_c , la température bichromatique,
- $\epsilon(T, \lambda_1)$, l'émissivité à la longueur d'onde λ_1 ,
- $\epsilon(T, \lambda_2)$, l'émissivité à la longueur d'onde λ_2 .

Pour un matériau dont l'émissivité décroît avec la longueur d'onde, alors la température bichromatique est nécessairement supérieure à la température vraie. Si l'émissivité croît avec la longueur d'onde alors la température bichromatique est nécessairement inférieure à la température vraie.

Une relation existe entre la température bichromatique et les températures de luminance pour les longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 et peut être déduite des équations (1.35) et (1.36) pour donner l'expression suivante :

$$T_c = \frac{\left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1}\right)}{\frac{1}{\lambda_2 T_{\lambda_2}} - \frac{1}{\lambda_1 T_{\lambda_1}}}. \quad (1.38)$$

La démonstration de cette équation se trouve dans l'annexe B.3.

En raison du rapport d'émissivités et de la différence des longueurs d'ondes dans l'équation (1.37), l'écart entre la température bichromatique et la température vraie peut être significatif. Plus les longueurs d'onde seront proches, plus les émissivités seront proches et donc le logarithme du rapport d'émissivités sera proche de zéro. Cependant, le fait que les longueurs d'ondes soient proches engendre mathématiquement une augmentation de cet écart de température. Il faut donc faire un compromis dans le choix des longueurs d'ondes pour que cet écart de température ne soit pas trop élevé.

L'écart de température est évalué rapidement dans le paragraphe suivant pour la pyrométrie monochromatique et bichromatique.

2.3.3 Erreur sur les températures en pyrométrie

Il est possible d'évaluer l'erreur commise sur la température lors des mesures par pyrométrie monochromatique et bichromatique. Pour cela, les équations (1.34) et (1.37) sont différenciées afin d'exprimer l'erreur relative sur la température en fonction de l'erreur sur l'émissivité. Un facteur d'amplification [28] est défini afin de déterminer l'erreur relative sur la température due à une erreur relative sur l'évaluation de l'émissivité. Ce facteur sera comparé entre la pyrométrie monochromatique et bichromatique.

En pyrométrie monochromatique, le facteur d'amplification s'écrit selon l'équation (1.39).

$$\frac{dT}{T} = -\frac{\lambda T}{C_2} \frac{d\epsilon}{\epsilon} \quad (1.39)$$

Pour une longueur d'onde de 1 μ m, le facteur d'amplification vaut 0,07 pour une température de 1000K et 0,14 pour une température de 2000K.

En pyrométrie bichromatique, le facteur d'amplification s'écrit selon l'équation (1.40).

$$\frac{dT}{T} = -\frac{\lambda_{12} T}{C_2} \left(\frac{d\epsilon_1}{\epsilon_1} - \frac{d\epsilon_2}{\epsilon_2} \right), \quad (1.40)$$

avec $\lambda_{12} = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{\lambda_2 - \lambda_1}$ une longueur d'onde équivalente, ϵ_1 l'émissivité à la longueur d'onde λ_1 et ϵ_2 l'émissivité à la longueur d'onde λ_2 .

Pour des longueurs d'ondes de 0,95 et 1,05 μ m, le facteur d'amplification vaut 0,7 pour une température de 1000K et 1,4 pour une température de 2000K. Le facteur d'amplification est donc dix fois supérieur en pyrométrie bichromatique qu'en pyrométrie monochromatique.

La méthode de la pyrométrie bichromatique s'avère donc peu performante engendrant des erreurs significatives (voir paragraphe 3.2 du chapitre 3), dans le cas de matériaux où l'émissivité varie significativement avec la longueur d'onde. Il en va ainsi des matériaux électro-conducteurs, où l'émissivité varie avec la longueur d'onde [29, 30].

Cependant, la pyrométrie bichromatique est une méthode performante pour des matériaux dont l'émissivité varie peu sur la gamme de longueur d'onde considérée. On parle alors de corps gris ou de corps gris par morceaux si l'émissivité est constante vis-à-vis de la longueur d'onde sur tout le spectre ou une partie de celui-ci. Si l'émissivité d'un corps varie peu entre les deux longueurs d'ondes, alors l'erreur résultante de l'écart entre la température bichromatique T_c et la température vraie T sera faible. La mesure par pyrométrie peut aussi être affectée par un changement de la transmission de l'atmosphère, par exemple par l'apparition de fumée. L'avantage de la pyrométrie bichromatique par rapport à la pyrométrie monochromatique est que la formation de fumée a un impact très faible voire négligeable. Le coefficient de transmission des fumées peut en effet être supposé identique pour les deux longueurs d'ondes du pyromètre bichromatique.

Quant à la pyrométrie monochromatique, il s'agit d'une méthode performante pour des matériaux à fortes émissivités. Dans ce cas, l'erreur résultant de l'écart entre la température de luminance et la température vraie sera faible, même si l'émissivité n'est pas connue très précisément.

Cependant, dans le cas de matériaux dont l'émissivité est faible (matériaux réfléchissant et/ou semi-transparents) et pas ou peu connue, la méthode s'avère peu performante puisque l'erreur résultante pourra être conséquente, si aucune correction liée à l'émissivité n'est apportée.

Si celle-ci est connue, alors la méthode de la pyrométrie monochromatique est performante et donne des résultats avec une bonne précision (voir paragraphe 3.1 du chapitre 3).

Certains systèmes présentent des points spécifiques à une longueur d'onde donnée, qui peuvent être exploités pour déterminer la température. Il s'agit du point X des métaux [31] et du point de Christiansen pour les oxydes (voir paragraphe 4.8).

Les mesures de températures peuvent donc être précises seulement si l'émissivité est bien caractérisée à travers des modèles corrects ou si elle est bien connue. Le principal problème est que dans la plupart des cas, l'émissivité n'est pas connue, car elle dépend de nombreux paramètres liés au matériau, par exemple sa nature et son état de surface, et à l'environnement.

3 Métrologie

La métrologie est la science de la mesure, elle comprend l'étude du mesurage d'une grandeur physique auquel une incertitude est associée [17]. Pour mener à bien le mesurage d'une grandeur physique, tout ce qui peut impacter la mesure doit être pris en compte : l'étalonnage du dispositif métrologique, la méthode de la mesure et les éventuelles mesures parasites dues à l'influence de l'environnement. La précision d'un mesurage d'une grandeur physique est conditionnée par un étalonnage, qui se doit d'être le plus rigoureux possible.

3.1 Outils métrologiques à haute température

Tout dispositif de mesure des très hautes températures doit être étalonné sur des points de référence en température de façon directe si la température du point est connue ou de façon indirecte si la température du point peut être déterminée à partir d'une autre grandeur physique. Il existe plusieurs dispositifs d'étalonnage dont les trois premiers ont été utilisés ou envisagés dans cette thèse. Un étalonnage est une opération, réalisée dans des conditions spécifiées. Il permet d'établir dans un premier temps une relation entre des valeurs et des incertitudes fournies par des étalons afin d'établir dans un second temps une relation entre les informations obtenues précédemment et le résultat de mesure [17].

Les différents systèmes d'étalonnage ont tous pour objectif d'avoir des points fixes de températures et d'établir une équivalence entre le signal reçu et la température.

3.1.1 Corps noir

Le corps noir idéal est décrit au paragraphe 1.4. La température de la cavité du corps noir peut être connue de deux façons différentes : soit à l'aide d'un thermocouple placé au sein de la cavité, soit à l'aide d'un pyromètre optique. Dans les deux cas, le dispositif de mesure de la température doit être de qualité métrologique et être lui-même étalonné sur un système de référence, idéalement auprès d'un institut de métrologie. La précision d'un étalonnage sur corps noir dépend directement de l'incertitude sur la température du corps noir, donnée par le dispositif de mesure de sa température ainsi que par la régulation du corps noir.

L'avantage d'un corps noir est que l'étalonnage peut être effectué facilement et rapidement sur plusieurs points de la gamme de température du corps noir.

Différents types de corps noir existent et sont caractérisés par le matériau de leur cavité et leur gamme de température. On peut trouver des corps noirs avec une cavité en carbure de silicium (SiC) présentant une gamme de fonctionnement en température jusqu'à 1500°C. Des corps noirs avec une cavité en chromite de lanthane (LaCrO₃) peuvent fonctionner jusqu'à 1800°C environ, tandis que des corps noirs avec une cavité en graphite ont l'avantage de pouvoir effectuer des montées rapides en température et jusqu'à 3000°C. Cependant, l'inconvénient des corps noirs à très hautes températures est qu'ils peuvent être très onéreux. Au coût du corps noir, il faut aussi ajouter celui du thermocouple ou du pyromètre de mesure de la température qui peut être élevé pour avoir une bonne précision sur la mesure de la température.

3.1.2 Cellules à points fixes eutectiques

Les cellules à points fixes eutectiques consistent en des creusets en graphite, fermés par un couvercle présentant une cavité en graphite. Le creuset en graphite est rempli d'un mélange de deux composants, un métal et du carbone, dans des proportions eutectiques, puis fermé par le couvercle. Un mélange eutectique est défini pour une composition donnée et présente une température de fusion unique, ayant ainsi le même comportement qu'un corps pur du point de vue de la température de fusion. La fusion d'un mélange en proportion eutectique a donc lieu pour une température précise donnant ainsi un plateau de fusion et permettant d'effectuer un étalonnage. Les métaux utilisés pour les cellules eutectiques ont été choisis de telle sorte que la température de fusion de ces cellules puisse être bien caractérisée. Des laboratoires de métrologie [20, 32, 33] ont travaillé en collaboration pour mesurer précisément la température de fusion de plusieurs mélanges eutectiques. La précision de ces mesures est de l'ordre du dixième de degrés pour un four homogène en température [34]. Le laboratoire commun de métrologie LNE-Cnam a travaillé à la conception de cellules eutectiques compactes de qualité métrologique, comme schématisé dans la figure 1.8 :

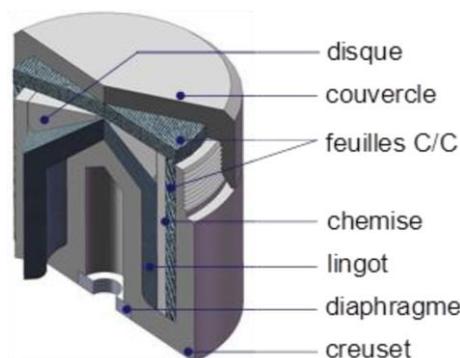


Figure 1.8 : Vue en coupe d'une cellule eutectique du LNE-Cnam [34].

La température de ces cellules eutectiques est donc définie par les propriétés physiques de ces mélanges eutectiques et non à l'aide d'un autre instrument de mesure comme pour le corps noir. Ces points fixes de température pourraient ensuite être utilisés pour la mise en pratique de la nouvelle définition du Kelvin.

Les principaux points fixes eutectiques retenus ici sont à 1597K pour le mélange cobalt-carbone, à 2226K pour le mélange ruthénium-carbone et à 2748K pour le mélange rhénium-carbone [32, 33, 34]. L'étalonnage en température à l'aide de cellules eutectiques a donc l'avantage de pouvoir être réalisé

sur une large gamme de températures avec de faibles incertitudes sur la température et à moindre coût qu'avec un corps noir.

La cavité des cellules eutectiques est en graphite et présente une émissivité très proche de l'unité, à condition que le four soit le plus homogène possible en température [35]. L'utilisation de cellules peut donc être limitée si l'étalonnage est réalisé dans un four dont l'hétérogénéité en température engendre une variation de l'émissivité de la cavité (voir paragraphe 3.3). Un autre inconvénient d'un étalonnage sur des cellules eutectiques est que pour chaque point de température il est nécessaire de changer la cellule eutectique et donc d'effectuer autant de chauffe qu'il y a de cellules, allongeant la durée de l'étalonnage.

3.1.3 Lampe à ruban de tungstène

Une lampe à ruban de tungstène consiste en un ruban de tungstène placé dans une ampoule en verre et qui est alimenté par un courant électrique que l'on peut faire varier. Le courant traversant le ruban est relié à sa température [36] qui peut être connue à l'aide d'un pyromètre étalon. L'émissivité du tungstène est très bien connue pour plusieurs états de surface [37] permettant de corriger facilement la température donnée par un pyromètre d'après l'équation (1.34) ou (1.37).

Le fonctionnement de ces lampes est relativement aisé et permet d'effectuer rapidement un étalonnage comme pour un corps noir. De plus, le coût d'une lampe est bien plus faible qu'un corps noir très haute température et le ruban en tungstène de la lampe peut être porté à des températures supérieures à 2500°C.

Cependant l'utilisation d'une lampe à ruban de tungstène s'avère limitée pour l'étalonnage de pyromètres dont la taille du spot de visée serait supérieure aux dimensions du ruban, ce qui est en pratique souvent le cas. Cette limitation ne permet donc pas d'effectuer l'étalonnage de la température monochromatique, mais seulement de la température bichromatique dont le calcul est basé sur un rapport de luminance spectrale (voir paragraphe 2.3.2). De plus, un éventuel dépôt solide sur la face intérieure du verre de la lampe conduit à modifier la transmission.

3.1.4 Méthode SDWT

La méthode SDWT, « synthetic double wavelength technique », est développée au LNE-Cnam [38]. Cette méthode dérive de la méthode DWT, « double wavelength technique » présentant des résultats prometteurs pour l'étalonnage de dispositif de mesures de très hautes températures. Cette méthode consiste à mesurer la luminance de deux corps noirs à deux températures différentes. Dans l'article [38], les deux températures sont très éloignées et respectivement de 1358 K et 2760 K pour gagner en sensibilité pour la détermination de la température vraie. Ces mesures sont effectuées à l'aide d'un spectroradiomètre à deux bandes spectrales différentes : une bande spectrale étroite considérée comme monochromatique pour appliquer la loi de Wien et une bande spectrale large considérée comme suffisamment large pour appliquer la loi de Stefan-Boltzmann. La méthode SDWT est basée sur un spectroradiomètre réglable dont la bande monochromatique permet d'effectuer la mesure monochromatique. La mesure monochromatique est ensuite réalisée sur une large bande spectrale pour déterminer la mesure à large bande spectrale.

Les différents systèmes d'étalonnage en température présentés dans cette partie permettent d'utiliser les dispositifs étalonnés de mesures de très hautes températures dans les mêmes conditions que l'étalonnage, en prenant en compte tout ce qui peut impacter les mesures de températures ultérieures (transmission de hublots, signal parasite, ...).

3.2 Mesure du rayonnement

Un dispositif de mesure de la température est composé d'un détecteur fournissant un signal $S(T)$, qui va être converti à partir de l'étalonnage en une luminance $L(T)$, proportionnelle au rayonnement reçu. La loi de Planck peut ensuite être utilisée pour évaluer la température T en fonction de l'émissivité ϵ de la surface.

Le rayonnement reçu par le détecteur n'est pas uniquement celui émis par la surface chaude. Il convient en effet d'intégrer le terme de rayonnement émis par les structures environnantes et qui se réfléchit sur la surface considérée. Il est également nécessaire de prendre en compte la transmission de l'atmosphère présente entre la surface et le détecteur. Enfin, on peut considérer un dernier terme dû à la diffusion de l'atmosphère à une température T_{atm} . Le processus complet de mesure du rayonnement est schématisé dans la figure 1.9.

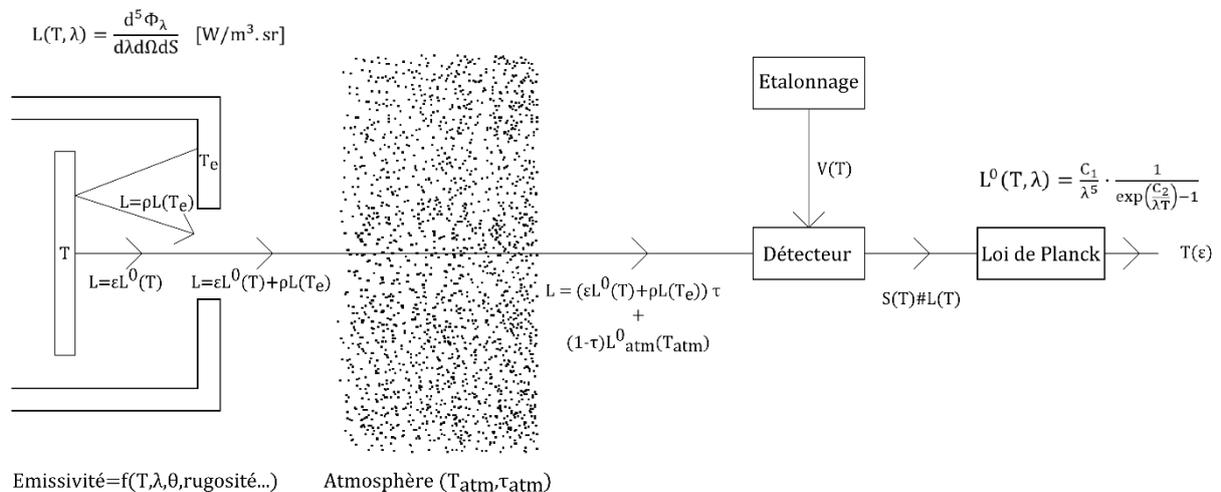


Figure 1.9 : Schéma de la mesure du rayonnement d'une surface à la température T .

L'émission du rayonnement depuis la surface ainsi que la réflexion du rayonnement provenant des structures environnantes dépendent de la longueur d'onde. De même la transmission à travers l'atmosphère peut être sélective selon la longueur d'onde. Par exemple, l'eau absorbe certaines bandes spectrales, comme le montre la figure 1.10. On constate que l'eau présente un maximum local d'absorption à $1,4 \mu m$ environ pouvant perturber les mesures de rayonnement à $1,4 \mu m$ si l'atmosphère est humide et si les mesures ont lieu à plusieurs longueurs d'ondes où l'absorption du rayonnement serait différente [16].

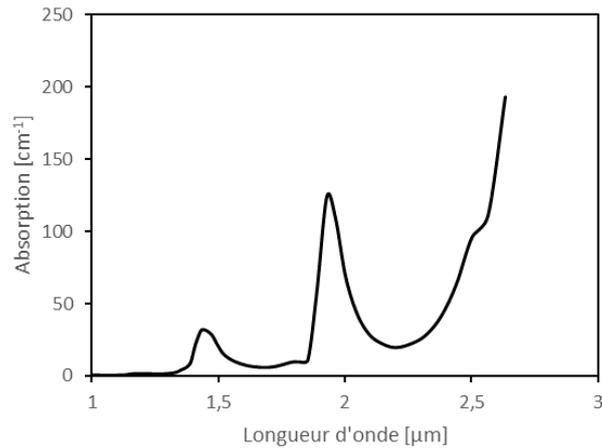


Figure 1.10 : Absorption de l'eau dans le proche infrarouge [39].

Lors de la conception d'une configuration de mesure, l'objectif est que le terme d'intérêt, correspondant à l'émission thermique du matériau, soit le terme prépondérant. Cependant, dans certains cas, le terme de réflexion du rayonnement émis sur la surface considérée par les structures environnantes peut être significatif si les structures environnantes sont à une température proche ou supérieure de la température de la surface considérée.

3.3 Influence de l'environnement

La mesure des très hautes températures par rayonnement ne prend pas en compte uniquement le rayonnement de la surface considérée, mais aussi le rayonnement provenant de tout l'environnement de mesure. Dans certaines conditions, la contribution de l'environnement peut être significative voire prépondérante [40, 41]. La figure 1.9 montre que le rayonnement provenant des structures environnantes est ajouté à celui provenant de la surface chaude. Ce rayonnement peut être appelé rayonnement parasite. Cependant, dans certains cas ce rayonnement est exploité pour établir des dispositifs métrologiques. Par exemple, la construction d'une cavité à partir de matériaux à fortes émissivités permet d'accroître l'émissivité apparente ϵ_{app} de la cavité. Pour une cavité dont le matériau a une émissivité ϵ et dont on suppose que la température est homogène, on peut définir l'émissivité apparente ϵ_{app} de la cavité vue par un pyromètre selon l'équation (1.41) avec $\epsilon_{app} > \epsilon$.

$$L = \epsilon L^0(T) + \rho L(T) = \epsilon_{app} L^0(T), \quad (1.41)$$

Il est ainsi possible de construire des cavités ayant une émissivité apparente de 0,999 [34]. Cependant, dans le cas où la température de la cavité est hétérogène, alors l'émissivité apparente théorique peut varier significativement limitant ainsi l'usage métrologique d'une telle cavité. En effet, si la température des parois de la cavité est inférieure à la température du fond de la cavité, alors l'émissivité apparente va logiquement décroître. Si la température des parois de la cavité est supérieure à la température du fond de la cavité, alors l'émissivité apparente peut devenir supérieure à l'unité. Dans ce dernier cas, les températures monochromatiques seront supérieures à la température vraie.

La notion d'émissivité apparente implique donc un terme lié à l'émission propre du matériau et un deuxième lié à l'émission depuis les surfaces environnantes et qui est réfléchi sur le matériau. On définit la notion de radiosité $J(T, \lambda)$, comme l'énergie totale quittant une surface [15]. Cette énergie provient de l'émission thermique de la surface et de la réflexion de l'irradiation sur la surface.

$$J(T, \lambda) = L(T, \lambda) + \rho L(T_{env}, \lambda), \quad (1.42)$$

avec :

- $J(T, \lambda)$, la radiosité en $[W \cdot m^{-3}]$,
- T , la température de la surface considérée,
- T_{env} , la température des structures environnantes,
- ρ , la réflectivité de la surface considérée.

On peut aussi parler de radiosité totale en $[W \cdot m^{-2}]$ par intégration de $J(T, \lambda)$ sur tout le spectre de longueur d'onde.

On considère une température T_{env} variable pour les structures environnantes d'émissivités ϵ_{env} et une température T donnée pour la surface considérée d'émissivité ϵ variable. La mesure du rayonnement prend en compte deux termes : le terme lié à l'émission propre du rayonnement et le terme de réflexion sur la surface avec la réflectivité $\rho = 1 - \epsilon$ pour un corps opaque. Il est possible de déterminer une luminance équivalente au rayonnement total mesuré et d'en déduire la température T_{app} donnée par un dispositif de mesure qui prend en compte l'émissivité apparente ϵ_{app} . Cela revient à résoudre l'équation suivante pour deux longueurs d'ondes basée à partir de l'équation (1.42). Les émissivités sont supposées indépendantes de la longueur d'onde.

$$L = \epsilon L^0(T) + (1 - \epsilon) \epsilon_{env} L^0(T_{env}). \quad (1.43)$$

La luminance L ainsi calculée à deux longueurs d'ondes peut permettre de calculer par itération l'émissivité apparente ϵ_{app} et la température apparente T_{app} . Ces deux grandeurs sont en effet supposées identiques pour les deux longueurs d'ondes considérées. L'équation (1.44) est ainsi déterminée par itération à partir de l'équation (1.43) définie pour les deux longueurs d'ondes considérées dans l'étude.

$$L = \epsilon_{app} L^0(T_{app}). \quad (1.44)$$

Il est ensuite possible de calculer la différence ΔT entre la température T de la surface considérée et sa température apparente T_{app} liée à la réflectivité du rayonnement parasites sur sa surface.

Cette différence de température est représentée dans la figure 1.11, pour $T = 2000K$ et $\epsilon_{env} = 0,86$. L'émissivité de la surface ϵ est variée entre 0,3 et 0,8 et la température des structures environnantes T_{env} est variée entre 600 et 2500K.

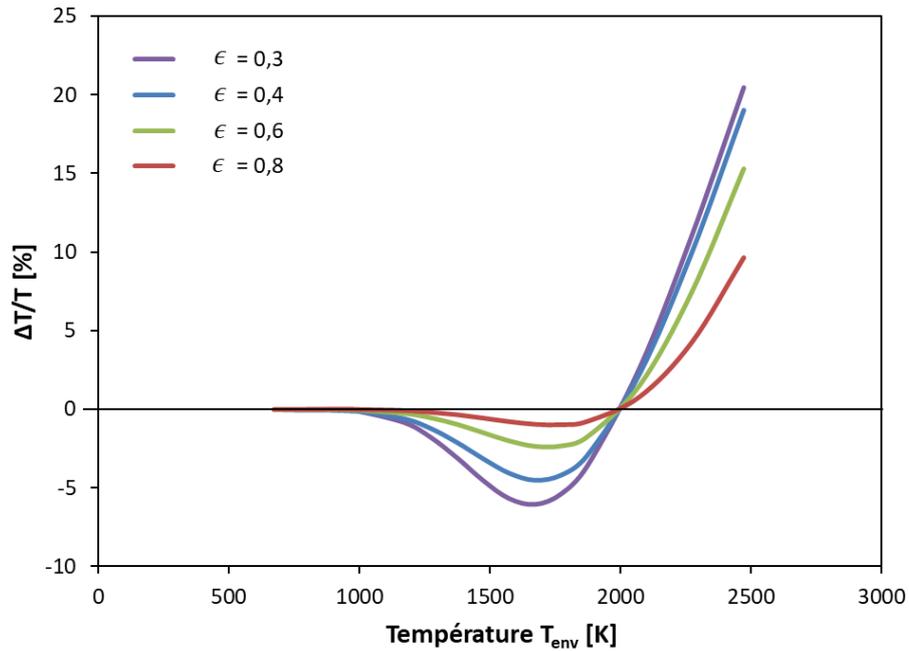


Figure 1.11 : Différence relative entre la température de la surface considérée et sa température apparente.

De la même manière, on peut calculer la différence relative entre l'émissivité de la surface ϵ et son émissivité apparente ϵ_{app} . Cette différence d'émissivité $\Delta\epsilon$ est représentée dans la figure 1.12, pour $T = 2000\text{K}$ et $\epsilon_{env} = 0,86$. On fait varier l'émissivité de la surface ϵ entre 0,3 et 0,8 et la température des structures environnantes T_{env} entre 600 et 2500K.

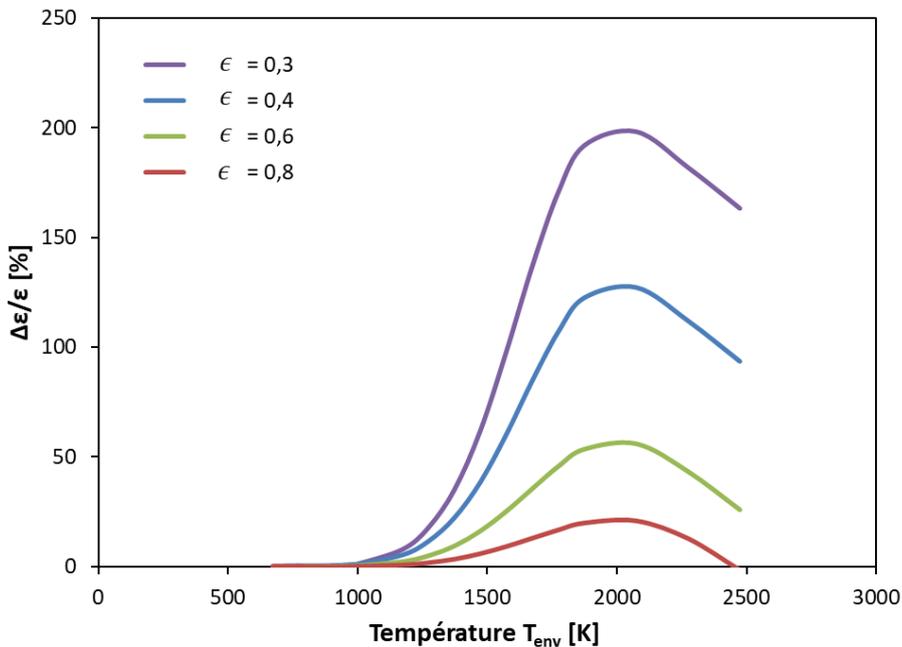


Figure 1.12 : Différence relative entre l'émissivité de la surface considérée et son émissivité apparente.

L'erreur sur la température et l'émissivité est logiquement proche de zéro si les structures environnantes sont à une température faible comparée à celle de la surface considérée.

On peut noter que l'erreur sur la température est nulle si la température des structures environnantes est égale à celle de la surface considérée. En effet, dans ce cas, le terme lié aux réflexions parasites

correspond à une luminance associée à la même température que la luminance correspondant à l'émission thermique de la surface. Il n'y a donc aucun impact sur la détermination de la température. Cependant, l'erreur sur l'émissivité est maximale puisque l'émissivité apparente est maximale lorsque les structures environnantes sont à la même température que la surface considérée. Ce cas est une première approche d'une cavité de type corps noir. La différence avec un corps noir est qu'ici une seule réflexion est prise en compte entre la surface et l'environnement. Pour un corps noir, de multiples réflexions sont considérées entre la surface et l'environnement venant augmenter l'émissivité apparente à un niveau proche de l'unité et compenser les éventuelles hétérogénéités de températures au sein de la cavité de corps noir.

Pour le cas d'une surface à 2000K, l'erreur sur la détermination de la température passe par un maximum vers 1500K. Ce maximum représente en réalité une compétition entre deux phénomènes. Premièrement, plus la température des structures environnantes augmente, plus le terme de réflexion sur la surface augmente et vient engendrer une augmentation de l'erreur sur la température. Deuxièmement, plus la température des structures environnantes s'approche de la température de la surface, plus le système s'approche du comportement d'un corps noir et vient engendrer une réduction de l'erreur sur la température.

Pour pallier les difficultés de mesures liées à la méconnaissance des propriétés radiatives d'une surface, ou prendre en compte l'impact de l'environnement sur la détermination de la température, plusieurs techniques ont été développées en fonction des besoins recherchés.

4 État de l'art sur les moyens de mesure à très haute température

Au fil des années, différentes méthodes ont été mises au point pour mesurer les très hautes températures en fonction des besoins et des contraintes. Ce paragraphe présente un résumé de certaines méthodes de mesures de très hautes températures.

4.1 Pyrométrie à radiation totale

La pyrométrie à radiation totale est la méthode traditionnelle utilisée pour les pyromètres [27]. Elle consiste à mesurer le rayonnement d'une surface sur tout le spectre de longueur d'onde. L'équation de Stefan-Boltzmann (1.15) est ensuite appliquée pour déterminer la température de la surface considérée. L'inconvénient de cette technique est que seule une partie du spectre de longueur d'onde est captée en raison des composants optiques utilisés. Ces pyromètres sont relativement simples et peu chers, mais ils manquent de sensibilité et peuvent conduire à de grandes incertitudes de mesures. De plus, cette technique repose aussi sur la connaissance de l'émissivité de la surface ou un traitement de cette surface pour augmenter son émissivité. L'absorption sélective des gaz constituant l'atmosphère ambiant peut aussi avoir une grande influence sur la mesure (voir figure 1.10).

4.2 Pyrométrie monochromatique et bichromatique

La pyrométrie monochromatique et bichromatique consiste à mesurer le rayonnement d'une surface à respectivement une et deux longueurs d'ondes pour déterminer sa température [27].

Le rayonnement est mesuré dans une direction et pour une longueur d'onde donnée. La loi de Planck (1.11) peut ensuite être utilisée pour déterminer la température de la surface considérée. Ces températures sont appelées température de luminance et bichromatique et ne représentent pas la

température vraie de la surface. Afin d'évaluer précisément cette dernière, l'émissivité de la surface doit être prise en compte. Si celle-ci n'est pas connue, des modèles d'émissivités doivent être choisis. En pyrométrie monochromatique, la température de luminance déterminée est identique à la température vraie si une émissivité égale à un est choisie.

En pyrométrie bichromatique, la température bichromatique déterminée est identique à la température vraie si les deux émissivités associées aux deux longueurs d'onde sont égales.

La méthode de la pyrométrie monochromatique est précise si l'émissivité de la surface considérée est connue ou proche de un. La méthode de la pyrométrie bichromatique est précise si les émissivités aux deux longueurs d'ondes sont proches l'une de l'autre, ou identiques dans le cas d'un corps gris.

Ces deux méthodes sont explicitées en détail au paragraphe 2.3.

Pour les méthodes à base d'imageries thermiques (caméra thermique), on parle de thermographie infrarouge [16].

4.3 Pyrométrie multispectrale

La méthode de la pyrométrie multispectrale [27, 28, 42] est basée sur le rayonnement d'une surface à plusieurs longueurs d'ondes comme en pyrométrie bichromatique. La différence avec la pyrométrie bichromatique est que le nombre de longueur d'onde est multiplié dans le but d'avoir des informations supplémentaires. Le fait de multiplier les longueurs d'ondes ne permet pas de déterminer la température, puisqu'il y a toujours une inconnue de plus que le nombre d'équations. Pour n longueurs d'ondes, il y a n équations avec $n + 1$ inconnues correspondant aux n émissivités et à la température. Il est donc nécessaire d'appliquer un modèle pour l'émissivité afin de corriger la température déterminée à partir des différentes longueurs d'ondes.

De la même manière qu'en pyrométrie monochromatique et bichromatique, on peut définir un facteur d'amplification. Ce facteur est d'autant plus grand que le nombre de longueurs d'ondes est grand. Il n'est donc pas nécessairement avantageux de multiplier les longueurs d'ondes, puisque cela engendre des erreurs conséquentes. Cette méthode peut s'avérer avantageuse si l'émissivité est facilement modélisable. Cependant, il n'existe pas de modèle défini sur l'émissivité pouvant être utilisé. Un modèle d'émissivité doit être développé pour chaque matériau et chaque expérience.

4.4 Pyrorélectométrie

La pyrorélectométrie à deux longueurs d'ondes consiste à mesurer le rayonnement d'une surface à deux longueurs d'ondes et de déterminer deux températures monochromatiques qui sont ensuite corrigées à partir de la mesure de la réflectivité de la surface [43].

De la même façon qu'en pyrométrie, la loi de Planck peut permettre la détermination de deux températures monochromatiques aux deux longueurs d'ondes du pyrorélectomètre. Le pyrorélectomètre dispose aussi de deux diodes laser travaillant aux mêmes longueurs d'ondes afin de pouvoir déterminer les réflectivités bidirectionnelles aux deux longueurs d'ondes grâce à l'utilisation d'un facteur de diffusion commun aux deux longueurs d'ondes (voir paragraphe 2.2). Les mesures des réflectivités aux deux longueurs d'ondes permettent ensuite de déterminer une température, appelée température pyrorélectométrique ou température de convergence.

Cette méthode est théoriquement plus précise que la pyrométrie monochromatique ou bichromatique puisque l'évaluation de la réflectivité permet de s'affranchir de la méconnaissance de l'émissivité. Cependant, en pratique, la détermination précise de la température peut être compliquée si la surface est très réfléchissante ou très peu réfléchissante.

L'approche pyrorélectométrique est explicitée en détail au chapitre 2. Cette solution constitue la solution retenue dans cette étude sur la mesure des hautes températures de matériaux liquides.

4.5 Pyrorélectométrie monochromatique

On peut définir la méthode de la « pyrorélectométrie monochromatique » comme une méthode qui mesure la température à une longueur d'onde et qui est corrigée par l'émissivité à cette même longueur d'onde. Manara et al. [44, 45] ont développé une technique utilisant un pyromètre à deux voies. La première voie consiste à mesurer la température à une longueur d'onde. La deuxième voie opère à une longueur d'onde variable et permet soit de servir d'une deuxième température de référence, soit pour détecter un signal laser réfléchi visant sur la surface afin de déterminer la transition solide – liquide. La température de luminance mesurée avec la première voie est corrigée de l'émissivité de la surface, qui est estimée à partir d'une loi. Cette loi est basée sur les mesures de réflectivités effectuées sur la deuxième voie composée de 256 canaux. Cette méthode, basée sur la correction de la température à une seule longueur d'onde, nécessite donc de connaître la forme de la réflectivité, alors que la pyrorélectométrie à deux longueurs d'ondes peut se contenter de la valeur d'un rapport de réflectivités.

4.6 Pyrométrie photothermique impulsionnelle

La méthode de la pyrométrie photothermique impulsionnelle est basée sur la méthode de la pyrométrie classique [27]. La méthode de la pyrométrie classique a l'inconvénient de pouvoir être parasitée par le rayonnement provenant des structures chaudes de l'environnement. Afin de séparer le signal d'émission thermique de la surface du signal parasite provenant des structures chaudes environnantes, un laser pulsé suffisamment intense est envoyé sur la surface à caractériser pour la chauffer localement et rapidement. La variation de la température due au rayon laser pulsé peut être relié à la température de la surface considérée. Un filtrage électronique permet ensuite de soustraire le rayonnement provenant de l'environnement. Le principe de cette méthode est schématisé dans la figure 1.13.

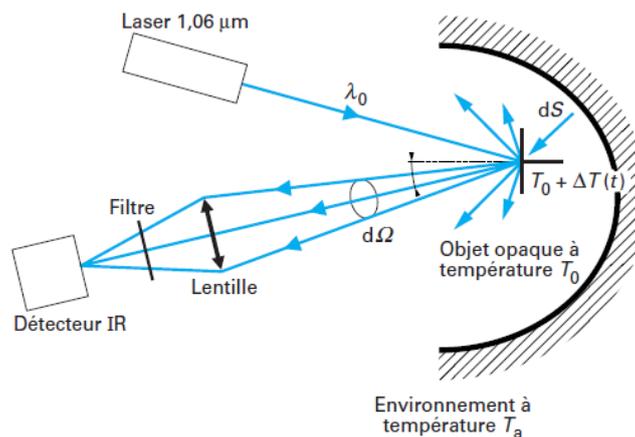


Figure 1.13 : Principe de fonctionnement de la pyrométrie photométrique impulsionnelle [27].

Cette méthode est intéressante pour des mesures dans des environnements sévères, mais la mise en œuvre de cette technique est plutôt complexe du point de vue technologique et de la maîtrise des outils. C'est aussi une méthode coûteuse en termes de matériel et peu utilisée. On parle aussi de pyrométrie active.

4.7 Pyrométrie à double modulation

La méthode de la pyrométrie à double modulation [46] fonctionne sur le même principe que les autres méthodes pyrométriques concernant la mesure du rayonnement. Cette méthode est utilisée lorsque des environnements sont à des températures proches de la surface à caractériser. Une petite partie du rayonnement servant à chauffer le matériau est modulé à haute fréquence comparativement au temps caractéristique de la thermique de celui-ci. Le détecteur reçoit donc la somme d'un signal thermique et d'un rayonnement réfléchi modulé. Ce signal reçu est modulé permettant ensuite de séparer les deux signaux d'intérêt : celui lié au rayonnement thermique et celui lié au rayonnement réfléchi qui est modulé. Cette méthode présente un intérêt pour des environnements de mesure à haute température. Cependant, la mise en pratique de cette méthode est plutôt complexe et coûteuse technologiquement puisqu'elle requiert une source externe de haute intensité lumineuse et la modulation des signaux. Le principe de cette méthode est donné dans le schéma de la figure 1.14.

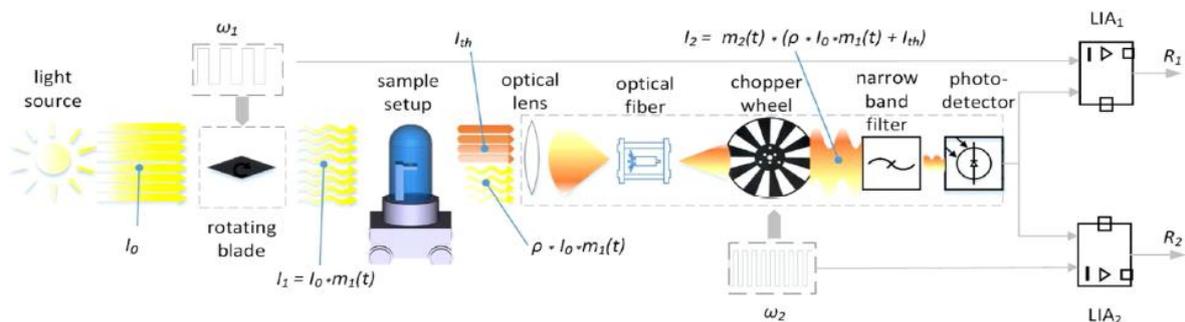


Figure 1.14 : Principe de fonctionnement de la pyrométrie à double modulation.

4.8 Pyrométrie au point de Christiansen

La méthode de la pyrométrie au point de Christiansen [47, 48] est une méthode basée sur la pyrométrie classique à une longueur d'onde. Cette méthode exploite une propriété particulière de certains matériaux, comme les céramiques. Il existe en effet une longueur d'onde à laquelle l'émissivité vaut un quelle que soit la température. Cette longueur d'onde est propre à chaque matériau et ne dépend pas de la température. Il est donc possible d'utiliser un pyromètre fonctionnant à cette longueur d'onde pour mesurer la température avec une très grande précision. Pour l'alumine, le point de Christiansen est à une longueur d'onde d'environ $10 \mu\text{m}$ [49]. L'inconvénient de cette méthode est que pour un matériau donné, il n'existe qu'une seule longueur d'onde où l'émissivité vaut un. Étant donné que cette longueur d'onde est propre à chaque matériau, il est donc nécessaire de disposer d'un pyromètre avec une longueur d'onde différente pour chaque matériau étudié. Enfin, la sensibilité des mesures de températures par pyrométrie à la longueur d'onde de Christiansen peut être faible pour des très hautes températures (supérieures à 2000K) et ainsi engendrer des incertitudes trop importantes sur la mesure de températures. Par exemple, dans le cas de l'alumine, la longueur d'onde de $10 \mu\text{m}$ ne permet pas de faire des mesures à très haute température avec précision.

4.9 Pyrométrie dans l'ultra-violet

La méthode de la pyrométrie dans l'ultra-violet consiste à mesurer le rayonnement d'une surface dans l'ultra-violet [50]. L'avantage de cette méthode est que la sensibilité à la température est plus grande et que l'erreur engendrée sera plus faible (voir équation (1.35)). L'inconvénient est que les niveaux

d'énergies sont faibles et que les mesures peuvent être difficiles à réaliser, notamment si la température est faible.

4.10 Spectroscopie Raman

La méthode de la spectroscopie Raman est une méthode utilisée pour déterminer des propriétés thermiques [51]. Il est toutefois aussi possible de déterminer la température d'un matériau à partir de cette méthode. Elle consiste à envoyer un rayon laser sur le matériau semi-transparent et à le collecter de l'autre côté de l'échantillon. Le rayonnement collecté présente des bandes vibrationnelles dont la longueur d'onde des maximums varie en fonction de la température [52, 53].

4.11 Bilan de l'état de l'art

Le tableau ci-dessous présente un résumé de l'état de l'art réalisé dans ce paragraphe et décrit brièvement les avantages et les inconvénients de chaque méthode.

Méthode	Avantages	Inconvénients
Pyrométrie à radiation totale	Dispositif simple et peu cher	Peu sensible, grandes incertitudes
Pyrométrie monochromatique et bichromatique	Dispositif relativement simple Peu d'incertitudes sur les corps gris	Nécessité de connaître l'émissivité pour les corps réels
Pyrométrie multispectrale	Bonne précision des mesures si le modèle d'émissivité est connu	Pas de modèle d'émissivités universel L'incertitude augmente avec le nombre de longueurs d'ondes
Pyroréflectométrie	Mesure simultanée de la température et de la réflectivité Environnement sévère et exiguë	Complexité des mesures de réflectivités Réglages fins de la tête optique
Pyroréflectométrie monochromatique	Mesure simultanée de la température et de la réflectivité Mesures de la réflectivité à plusieurs longueurs d'ondes	Nécessité d'une loi décrivant la réflectivité, et donc l'émissivité
Pyrométrie photométrique impulsionnelle	Précision des mesures Environnement sévère	Technologie complexe et coûteuse Maîtrise du dispositif peu évidente
Pyrométrie à double modulation	Structures environnantes chaudes	Source externe de lumière Technologie complexe

Pyrométrie au point de Christiansen	Emissivité connue	Longueur d'onde unique Gamme de température limitée selon le matériau
Pyrométrie dans l'ultra-violet	Très bonne sensibilité à la température	Pas adapté aux basses températures
Spectrométrie Raman	Détermination de la température et des propriétés thermiques	Méthode complexe

Tableau 1.4 : Bilan de l'état de l'art sur les méthodes de mesures de très haute température.

Conclusion

Les mesures de très hautes températures peuvent être réalisées en exploitant le rayonnement d'une surface et ses propriétés radiatives. Le rayonnement est un phénomène abondamment documenté et décrit au travers de lois de comportement, comme la loi générale de Planck. Ces lois sont non-linéaires et permettent de décrire le rayonnement en fonction de la température de la surface visée et de la longueur d'onde.

Cependant, pour des corps réels, une inconnue supplémentaire s'ajoute au problème de la détermination de la température. Il s'agit de l'émissivité, qui correspond à la fraction d'énergie émise par une surface par rapport à l'énergie émise par un corps noir à la même température. Des mesures précises aux très hautes températures nécessitent ainsi soit de connaître l'émissivité de la surface considérée, soit d'effectuer une bonne hypothèse sur l'émissivité ou d'autres propriétés radiatives comme la réflectivité. L'émissivité dépend de nombreux paramètres comme la température, la longueur d'onde, la rugosité de la surface. En pratique, l'émissivité est rarement connue avec précision, ce qui complique les mesures de températures par rayonnement.

La pyrométrie classique à une ou deux longueurs d'ondes est une méthode simple et largement utilisée mais dont l'hypothèse sur l'émissivité est souvent forte. La pyrométrie monochromatique donne une température de luminance égale à la température vraie si l'émissivité vaut un. La pyrométrie bichromatique donne une température bichromatique égale à la température vraie si les émissivités aux deux longueurs d'ondes du pyromètre sont identiques. Ces deux méthodes s'avèrent donc limitées si l'émissivité de la surface considérée n'est pas connue.

La précision des mesures de très hautes températures ne dépend pas uniquement du matériel de mesure ou de la connaissance de l'émissivité mais aussi d'un bon étalonnage du dispositif de mesure. L'étalonnage doit être réalisé sur un système de référence dont des points de température sont connus avec précision. Il peut s'agir d'un corps noir dont l'émissivité est très proche de l'unité et dont la température est mesurée soit à l'aide d'un thermocouple, soit à l'aide d'un pyromètre étalon. Il peut aussi s'agir de cellules eutectiques dont la température de fusion est connue très précisément.

Les mesures de très hautes températures peuvent aussi être perturbées par l'environnement autour du matériau à caractériser. Il s'agit notamment des réflexions parasites provenant des structures environnantes et qui sont à des températures proches du matériau à caractériser.

Différentes méthodes ont été développées en fonction des besoins et chacune présentent des avantages et des inconvénients. Dans cette étude, l'objectif est de déterminer la température de matériaux liquides dont l'émissivité n'est pas connue. De plus, l'état de surface du matériau évolue au cours de l'essai réalisé à très hautes températures. Il est donc nécessaire d'avoir une méthode qui permet de déterminer simultanément la température et l'émissivité dans un environnement sévère et exigeant. Ce dispositif doit pouvoir être utilisé à très haute température. La méthode utilisée pour cette thèse et la plus adaptée pour les besoins expérimentaux est donc la méthode de la pyrorréflexométrie, développée au chapitre suivant.

Chapitre 2

Théorie de la pyrroreflectométrie

Sommaire

Introduction	42
1 Présentation générale de la méthode.....	43
1.1 Détermination des températures et des réflectivités.....	43
1.2 Fonctionnement général.....	44
2 Températures de luminance et bichromatique	44
2.1 Etalonnage en température	45
2.2 Détermination des températures	46
3 Réflectivités	47
3.1 Etalonnage en réflectivité	47
3.2 Détermination des réflectivités.....	48
4 Détermination de la température pyrroreflectométrique	49
4.1 Evaluation mathématique.....	49
4.2 Résolution et conditions de convergence	51
Conclusion.....	55

Introduction

Ce deuxième chapitre a pour but de détailler la méthode de la pyroréfectométrie qui est utilisée pour les mesures de très haute température, et dont les résultats sont présentés dans les paragraphes 3 et 4 du chapitre 5. La détermination de la température par rayonnement nécessite de connaître les propriétés radiatives du matériau considéré. Pour cela, des mesures de réflectivités du matériau sont effectuées en pyroréfectométrie afin de déterminer la température vraie du matériau. La méthode de la pyroréfectométrie a été développée au laboratoire PROMES du CNRS, et plus précisément au four solaire d'Odeillo [54, 55]. Cette méthode a été validée expérimentalement sur des matériaux solides [25, 56, 57]. L'intérêt de la pyroréfectométrie est de déterminer la température avec la plus grande précision possible en exploitant les propriétés radiatives des matériaux. L'étalonnage du dispositif de mesure est une étape importante pour l'obtention de mesures les plus précises possibles. Dans ce chapitre, la technique de la pyroréfectométrie est présentée dans un premier temps. Puis dans un deuxième temps, l'obtention des températures de luminance et bichromatique est explicitée. Dans un troisième temps, la détermination des réflectivités est détaillée et la dernière partie est consacré à l'évaluation de la température pyroréfectométrique à partir des températures de luminance et des réflectivités.

1 Présentation générale de la méthode

Le pyroréfectomètre est l'association de deux pyromètres monochromatiques et d'un réflectomètre fonctionnant aux mêmes longueurs d'ondes que les pyromètres monochromatiques.

La pyroréfectométrie s'appuie sur le rayonnement d'une surface pour déterminer les températures de luminance et sur les propriétés radiatives d'une surface pour déterminer les réflectivités. La combinaison des températures de luminance et des réflectivités permet de déterminer la température pyroréfectométrique qui se rapproche de la température vraie de la surface considérée. Une température bichromatique est aussi déterminée à partir des mesures de rayonnement aux deux longueurs d'ondes.

1.1 Détermination des températures et des réflectivités

Avant d'entrer dans le détail technologique du pyroréfectomètre, donné au paragraphe 1.2 du chapitre 5, il convient de noter que le pyroréfectomètre est constitué de plusieurs composants électronique et optique permettant l'acquisition de plusieurs signaux. Quatre signaux de tension sont fournis par le pyroréfectomètre et correspondent à l'émission thermique de la surface considérée ainsi que la réflexion du laser sur cette même surface pour les deux longueurs d'ondes du pyroréfectomètre. Ces signaux sont ensuite post-traités afin de déterminer les températures (monochromatiques, bichromatique et pyroréfectométrique) et les réflectivités.

Les températures de luminance sont déterminées à partir des signaux correspondant à l'émission thermique pour les deux longueurs d'ondes et en utilisant la loi de Sakuma-Hattori (paragraphe 1.3.4 du chapitre 1). Le pyroréfectomètre fournit aussi une température bichromatique, qui peut être utilisée pour vérification lors de la détermination de la température pyroréfectométrique (voir paragraphe 4.2). Un étalonnage en température, détaillé au paragraphe 2.1, permet d'établir l'équivalence entre le signal mesuré en tension et la température. La méthode de détermination des températures de luminance est détaillée au paragraphe 2.2.

Les réflectivités sont déterminées à l'aide d'un rayon laser dirigé vers la surface considérée et qui se réfléchit sur celle-ci en direction du système optique de détection du pyroréfectomètre. Il s'agit donc de réflectivités bidirectionnelles (paragraphe 2.2 du chapitre 1). Les réflectivités sont calculées par la comparaison des deux signaux aux deux longueurs d'ondes du pyroréfectomètre : le premier correspondant à l'émission thermique et la réflexion du laser et le deuxième correspondant à l'émission thermique seulement. Un étalonnage en réflectivité, détaillé au paragraphe 3.1, permet d'établir l'équivalence entre le signal mesuré en tension et la réflectivité. La méthode de détermination des réflectivités bidirectionnelles est détaillée au paragraphe 3.2.

Le pyroréfectomètre fournit une température, appelée température pyroréfectométrique ou température de convergence et notée T^* . Cette température prend en compte le rayonnement d'une surface au travers des températures de luminance ainsi que les propriétés radiatives au travers des réflectivités bidirectionnelles. Les réflectivités bidirectionnelles permettent de corriger les températures de luminance afin d'obtenir la température pyroréfectométrique qui est supposée être proche de la température vraie de la surface considérée.

La détermination de la température pyroréfectométrique est réalisée à partir des données aux deux longueurs d'ondes. Une méthode itérative, détaillée au paragraphe 4, permet la détermination de

cette température pyrорélectométrique à partir de l'introduction d'un coefficient de diffusion η_d supposé identique aux deux longueurs d'ondes.

1.2 Fonctionnement général

La méthode générale de la pyrорélectométrie peut être résumée à l'aide de la figure 2.1, mentionnant les étapes principales de cette méthode. Tout d'abord, la luminance est mesurée à deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 , d'une part pour l'émission thermique seule S^E , d'autre part pour l'émission thermique et la réflexion du laser S^{E+R} . L'étalonnage en température et la loi de Sakuma-Hattori permettent de déterminer les deux températures de luminance T_λ . L'étalonnage en réflectivité et la comparaison des signaux mesurés avec et sans le laser permettent de déterminer les deux réflectivités bidirectionnelles ρ_λ . Enfin, la loi de Wien et les lois de Kirchhoff permettent d'établir le système de deux équations qui est résolu par un processus itératif pour déterminer la température pyrорélectométrique T^* et le coefficient de diffusion η_d^* .

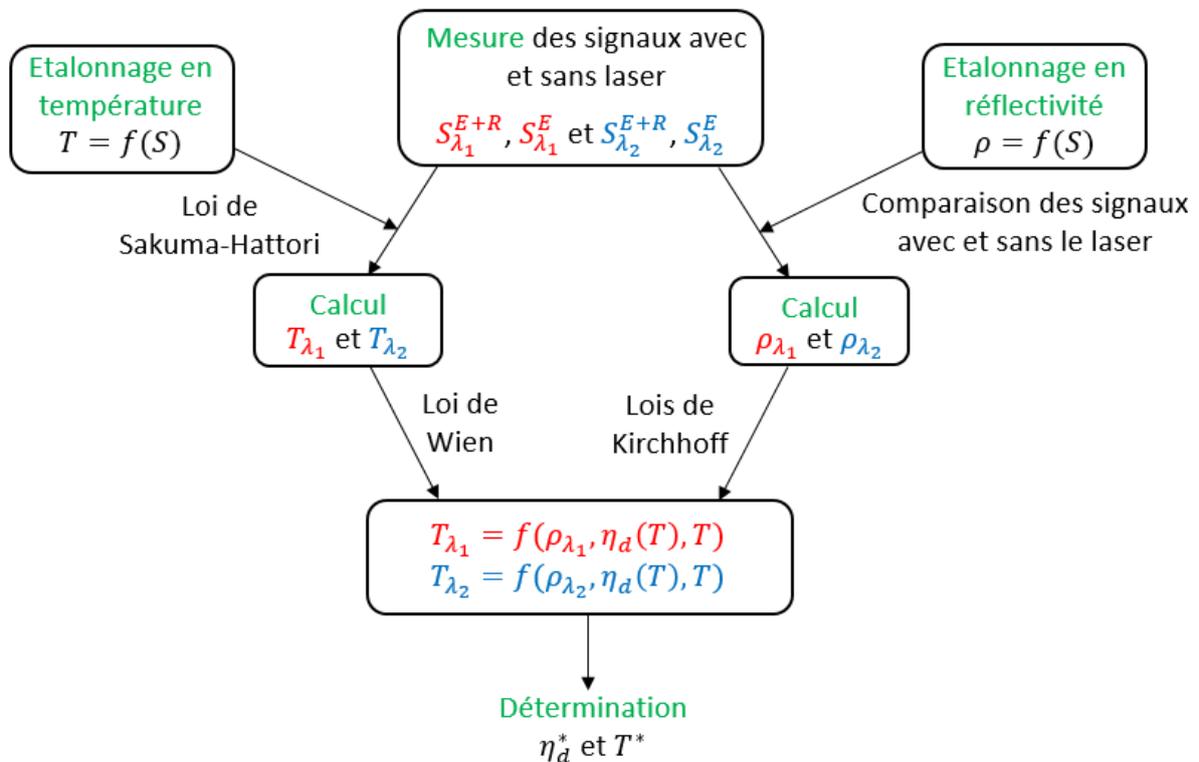


Figure 2.1 : Schéma de fonctionnement général de la pyrорélectométrie.

2 Températures de luminance et bichromatique

L'émission thermique d'une surface est exploitée en pyrорélectométrie pour déterminer sa luminance, et donc une température de luminance dépendante de la longueur d'onde. A partir des deux longueurs d'onde du pyrорélectomètre, on définit une température bichromatique. La détermination des températures de luminance et de la température bichromatique du pyrорélectomètre est réalisée à partir de la mesure de plusieurs tensions dont l'équivalence en température est définie lors de l'étalonnage en température.

2.1 Etalonnage en température

Tout dispositif de mesure doit être étalonné afin de pouvoir établir une équivalence entre le signal mesuré, ici une tension, et la grandeur d'intérêt, ici la température. Plusieurs dispositifs d'étalonnage en température sont détaillés dans le paragraphe 3.1 du chapitre 1 et permettent de disposer de points de référence dont la température est connue. Cela permet d'avoir une série de couples tension – température. Le nombre de ces couples est choisi par l'utilisateur. Il peut s'agir par exemple du nombre de palier de température réalisé sur un corps noir, ou du nombre de cellules eutectiques à disposition. Deux paramètres doivent impérativement être pris en compte lors de l'étalonnage en température :

- l'émissivité spectrale ϵ_λ de la cavité du système de référence,
- la transmission spectrale τ_λ des éventuels hublots présents lors de l'étalonnage et non présents lors des mesures ultérieures.

Il faut ainsi idéalement intégrer lors de l'étalonnage tous les éléments optiques qui seront présents lors des mesures ultérieures. Il est toutefois possible que certains éléments optiques sont indispensables à l'étalonnage mais ne seront pas présents lors des mesures ultérieures, comme par exemple la fenêtre du corps noir. La transmission de ces éléments optiques doit être prise en compte pour l'étalonnage. Les fenêtres, ou autres éléments optiques, présents à l'étalonnage et pendant les mesures, comme les lentilles de réglages, sont directement prises en compte et ne nécessitent pas d'être intégrés dans le calcul.

L'équivalence entre les tensions mesurées S_λ et la température T du système d'étalonnage est réalisée à partir de l'équation de Sakuma-Hattori, définie dans le paragraphe 1.3.4 du chapitre 1.

$$S_\lambda(T) = \frac{\epsilon_\lambda \tau_\lambda k_1}{\exp\left(\frac{C_2}{k_2 T + k_3}\right) - 1} \quad (2.1)$$

Les couples tension – température $\{S_\lambda, T\}$ permettent de déterminer les trois coefficients de Sakuma-Hattori k_1 , k_2 et k_3 . Il est nécessaire d'avoir un minimum de trois couples de données pour déterminer les trois coefficients de Sakuma-Hattori [22].

Si l'étalonnage est basé sur trois couples de données, les coefficients sont déterminés de telle sorte que le modèle d'interpolation passe exactement par les trois couples de données.

Si l'étalonnage est basé sur plus de trois couples de données, les coefficients sont déterminés par la méthode des moindres carrés. Le modèle ne passe pas exactement par les couples de données, mais l'écart entre le modèle et les points de données est minimisé.

Lors de l'étalonnage sur les températures de luminance, des erreurs sont introduites à cause de la bande passante des filtres monochromatiques, leur profil asymétrique, leur réponse électronique... Pour compenser ces erreurs, deux longueurs d'onde efficaces sont utilisées à la place des longueurs d'onde du pyrroreflectomètre. Ces longueurs d'onde efficaces sont déterminées pour correspondre au mieux aux luminances de corps noir.

L'équation de Sakuma-Hattori (2.1) permet l'étalonnage des températures de luminance. La température bichromatique T_c , quant à elle, est étalonnée différemment et à partir de deux coefficients, notés A et B.

$$\ln \frac{S_{\lambda_1}}{S_{\lambda_2}} = A + \frac{B}{T_c} \quad (2.2)$$

avec S_{λ_1} et S_{λ_2} les signaux mesurés respectivement aux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 .

Cette équation d'étalonnage est obtenue à partir de la loi de Wien donnée dans l'équation (1.14) et appliquée à l'équation de la pyrométrie bichromatique (1.36). Les données tensions - température $\{S_{\lambda_1}, S_{\lambda_2}, T\}$ sont les mêmes que pour la détermination des températures de luminance.

2.2 Détermination des températures

Les températures de luminance sont déterminées à partir de la mesure du signal $S(T, \lambda)$ et à l'aide de l'équation (2.1) dont les coefficients ont été définis lors de l'étalonnage. Une mesure à vide, sur une surface froide et diffusante, est effectuée avant toute nouvelle expérience afin de mesurer les offsets du pyrorélectromètre. Les offsets mesurés $S_{offset}(\lambda)$ sont soustraits aux signaux mesurés $S(T, \lambda)$. Les températures de luminance T_λ s'expriment donc selon l'équation suivante :

$$T_\lambda = \frac{C_2}{k_2 \cdot \ln\left(\frac{\epsilon_\lambda \tau_\lambda k_1}{S(T, \lambda) - S_{offset}(\lambda)} + 1\right)} - \frac{k_3}{k_2}. \quad (2.3)$$

La détermination des températures de luminance est résumée dans le schéma de la figure 2.2.

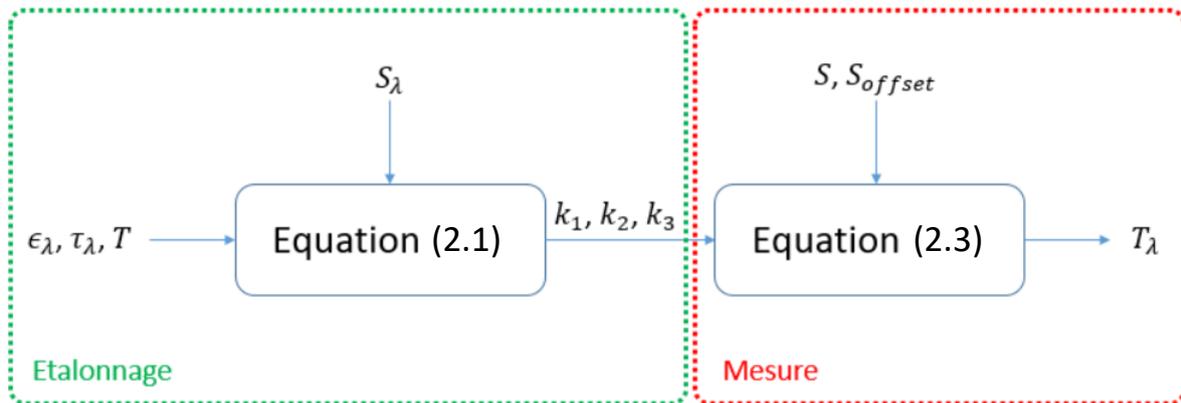


Figure 2.2 : Schéma de détermination de la température de luminance T_λ .

De même, la température bichromatique est déterminée à partir de la mesure des signaux $S(T, \lambda)$ et à l'aide de l'équation (2.2) dont les coefficients ont été définis lors de l'étalonnage. Les offsets mesurés sont aussi retranchés des signaux mesurés. La température bichromatique T_c s'exprime donc selon l'équation suivante :

$$T_c = \frac{B}{\ln\left(\frac{S(T, \lambda_1) - S_{offset}(\lambda_1)}{S(T, \lambda_2) - S_{offset}(\lambda_2)}\right) - A}. \quad (2.4)$$

La détermination de la température bichromatique est résumée dans le schéma de la figure 2.3.

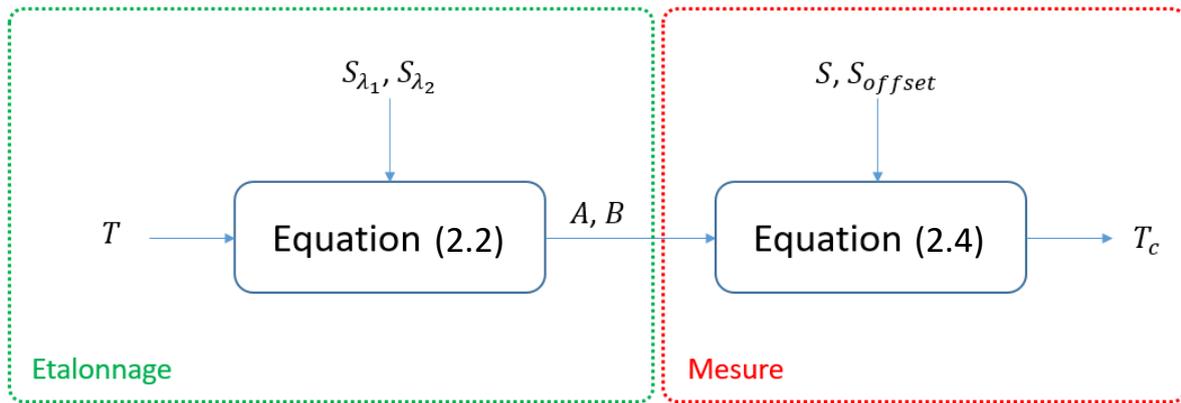


Figure 2.3 : Schéma de détermination de la température bichromatique T_c .

Les températures de luminance et la température bichromatique sont évaluées à partir de l'émission thermique du matériau. La méthode de la pyroréflectométrie est basée sur l'émission thermique d'une surface mais aussi sur l'évaluation de ses propriétés radiatives, et plus particulièrement des réflectivités spectrales.

3 Réflectivités

La réflectivité d'une surface est mesurée en pyroréflectométrie afin de déterminer indirectement l'émissivité et donc de corriger les températures de luminance précédemment évaluées. Expérimentalement, un rayon laser est envoyé sur la surface et sa réflexion est mesurée à l'aide d'une photodiode. La réflectivité mesurée est donc une réflectivité spectrale bidirectionnelle (voir paragraphe 2.2 du chapitre 1). L'équivalence entre les signaux mesurés et la réflectivité est déterminée par un étalonnage en réflectivité. Les éléments présentés dans ce paragraphe ont été mis en place dans le pyroréflectomètre par le laboratoire PROMES.

3.1 Etalonnage en réflectivité

De la même manière que pour la température, le pyroréflectomètre est étalonné en réflectivité sur un système de référence. Cet étalonnage a lieu à température ambiante et sur une surface de référence en réflectivité, dont les caractéristiques de réflexion sont connues. A la différence de l'étalonnage en température, cet étalonnage doit être réalisé avant chaque nouvelle mesure, puisqu'il s'applique pour un échantillon spécifique.

Lorsque le signal laser est envoyé sur la surface considérée, la tension émise par la photodiode S^{PD} ainsi que la tension correspondant au signal réfléchi S^R sont mesurées. Un coefficient K_λ est ensuite défini pour relier la réflectivité ρ de la surface aux signaux mesurés.

$$K_\lambda = \frac{S^R}{\rho S^{PD}} \quad (2.5)$$

L'étalonnage en réflectivité est réalisé en trois étapes successives. La première d'entre elles est réalisée sur une surface étalon et consiste à déterminer le coefficient K_{et} du pyroréflectomètre. On parle d'étalonnage étalon. Le signal émis par la photodiode S_{et}^{PD} et le signal réfléchi par la surface étalon S_{et}^R sont mesurés aux deux longueurs d'ondes. La réflectivité ρ_{et} de la surface étalon est connue pour les deux longueurs d'ondes. On obtient donc le coefficient K_{et} :

$$K_{et}(\lambda) = \frac{S_{et}^R(\lambda)}{\rho_{et}(\lambda)S_{et}^{PD}(\lambda)}. \quad (2.6)$$

La deuxième étape est réalisée sur le matériau considéré et consiste à déterminer la réflectivité du matériau placé dans des conditions identiques à l'étalonnage sur l'étalon de réflectivité. Les conditions doivent être identiques en terme de géométrie (angle du rayon laser, distance de la surface considérée, atmosphère, ...). Ceci permet d'avoir un coefficient K_{et} identique à l'étape précédente et dont sa valeur est connue. Le signal émis par la photodiode S_{ech-et}^{PD} et le signal réfléchi par la surface de l'échantillon S_{ech-et}^R sont mesurés aux deux longueurs d'ondes. On obtient donc une réflectivité, appelée réflectivité absolue ρ_{abs} . On parle alors d'étalonnage absolu.

$$\rho_{abs}(\lambda) = \frac{S_{ech-et}^R(\lambda)}{K_{et}(\lambda)S_{ech-et}^{PD}(\lambda)}. \quad (2.7)$$

La troisième étape est réalisée sur le matériau considéré et placé dans les conditions géométriques de mesures. Elle consiste à déterminer le coefficient K_{ech} du pyrorélectomètre de l'échantillon considéré dans les conditions de mesures. La surface étant la même que dans l'étape précédente, sa réflectivité absolue ρ_{abs} est inchangée. On parle dans ce cas d'étalonnage relatif. Le signal émis par la photodiode S_{ech}^{PD} et le signal réfléchi par la surface de l'échantillon S_{ech}^R sont mesurés aux deux longueurs d'ondes. On obtient donc un coefficient de réflectivité K_{ech} . On parle alors d'étalonnage relatif.

$$K_{ech}(\lambda) = \frac{S_{ech}^R(\lambda)}{\rho_{abs}(\lambda)S_{ech}^{PD}(\lambda)}. \quad (2.8)$$

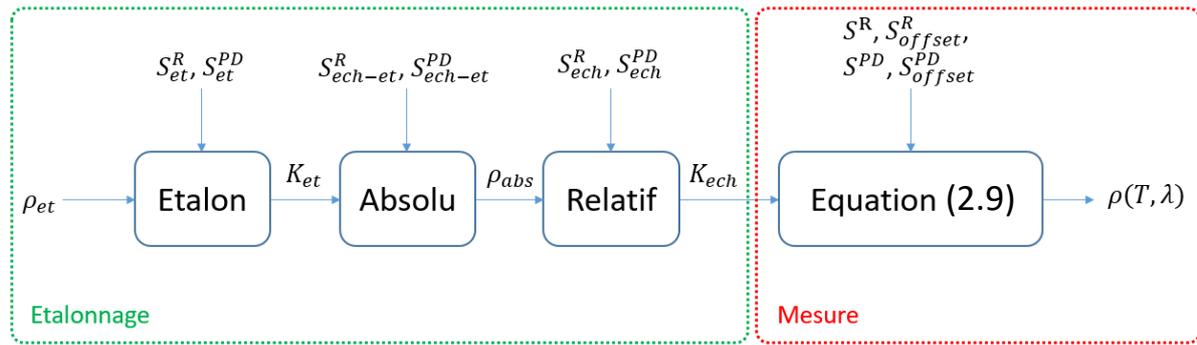
Cet étalonnage en réflectivité en trois étapes permet donc de déterminer la réflectivité du matériau considéré à température ambiante. La détermination de la réflectivité lors des mesures est ainsi faite à l'aide du coefficient K_{ech} qui est supposé être constant au cours des mesures.

3.2 Détermination des réflectivités

Les réflectivités spectrales sont déterminées à partir de la mesure du signal réfléchi $S^R(T, \lambda)$ par la surface considérée ainsi que le signal émis par la photodiode $S^{PD}(T, \lambda)$. L'équation (2.5) est utilisée pour déterminer les réflectivités spectrales avec le coefficient $K_{ech}(\lambda)$ défini lors de l'étalonnage dans l'équation (2.8) pour les deux longueurs d'ondes. Lors de la mesure à vide réalisée avant toute nouvelle expérience et évoquée dans le paragraphe 2.2, les offsets sont aussi mesurés lorsque le laser est allumé. Les offsets mesurés $S_{offset}^R(\lambda)$ et $S_{offset}^{PD}(\lambda)$ sont donc retranchés respectivement aux signaux mesurés de la réflexion du laser $S^R(T, \lambda)$ et de l'émission de la photodiode $S^{PD}(\lambda)$. Les réflectivités spectrales $\rho(T, \lambda)$ s'expriment donc selon l'équation suivante :

$$\rho(T, \lambda) = \frac{S^R(T, \lambda) - S_{offset}^R(\lambda)}{K_{ech}(\lambda) \left(S^{PD}(\lambda) - S_{offset}^{PD}(\lambda) \right)}. \quad (2.9)$$

La détermination des réflectivités spectrales est résumée dans le schéma de la figure 2.4.


 Figure 2.4 : Schéma de détermination de la réflectivité spectrale ρ .

La détermination des températures de luminance, de la température bichromatique et des réflectivités spectrales a été explicitée dans les parties 2 et 3 en vue de l'évaluation de la température pyrорélectométrique détaillée dans la partie suivante.

4 Détermination de la température pyrорélectométrique

Le pyrорélectromètre fournit une température, appelée température pyrорélectométrique ou température de convergence, qui est évaluée mathématiquement à partir de la température de luminance et de la réflectivité à deux longueurs d'ondes. L'évaluation de cette température, supposée être proche de la température vraie, est détaillée dans ce paragraphe.

4.1 Evaluation mathématique

La relation entre la température vraie et la température de luminance est donnée dans l'équation (1.33). L'expression de l'émissivité $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$ en fonction de la réflectivité $\rho^{\theta_i \wedge}(T, \lambda)$ est donnée dans l'équation (1.29). Il s'agit à ce stade de grandeur hémisphérique intégrée sur tout le demi-hémisphère. On obtient l'équation suivante pour un corps opaque :

$$L^0(T_\lambda, \lambda) = (1 - \rho^{\theta_i \wedge}(T, \lambda)) L^0(T, \lambda). \quad (2.10)$$

Expérimentalement, la réflectivité mesurée en pyrорélectométrie est bidirectionnelle et non directionnelle hémisphérique comme dans l'équation (2.10). Pour cela, un coefficient de diffusion est introduit, tel que défini au paragraphe 2.2.2 du chapitre 1. Ce coefficient permet d'exprimer la réflectivité directionnelle hémisphérique $\rho^{\theta_i \wedge}(T, \lambda)$ en fonction de la réflectivité bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)$ selon l'équation (1.32). L'équation (2.10) devient donc :

$$L^0(T_\lambda, \lambda) = (1 - \eta_d(T, \lambda) \rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)) L^0(T, \lambda). \quad (2.11)$$

Les lois de Kirchhoff, données dans le paragraphe 2.1.2 du chapitre 1, stipulent que l'émissivité d'une surface dans la direction θ_i peut être reliée à la réflectivité bidirectionnelle depuis la direction d'incidence θ_i et dans la direction de réflexion θ_r . Or, en pyrорélectométrie, la réflectivité est mesurée dans la même direction que le rayonnement. Cette direction correspond à celle de l'émissivité $\epsilon^{\theta_i}(T, \lambda)$. Il s'agit de la direction θ_i . Il faudrait donc pouvoir déterminer la réflectivité $\rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda)$ d'un rayonnement provenant de la direction θ_r et réfléchi dans la direction θ_i .

La réciprocité des chemins optiques donnée par le théorème de Helmholtz permet d'établir l'égalité suivante pour la réflectivité bidirectionnelle :

$$\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda) = \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda). \quad (2.12)$$

Il est maintenant possible d'écrire l'équation principale de la pyrorélectométrie qui exprime la température vraie T , supposée proche de la température pyrorélectométrique en fonction de la température de luminance T_λ , de la réflectivité spectrale bidirectionnelle $\rho^{\theta_i, \theta_r}(T, \lambda)$ et du facteur de diffusion $\eta_d(T, \lambda)$.

$$L^0(T_\lambda, \lambda) = \left(1 - \eta_d(T, \lambda) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda)\right) L^0(T, \lambda). \quad (2.13)$$

Cette équation peut être écrite pour les deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 du pyrorélectromètre, et forme un système de deux équations. Afin de résoudre ce système d'équations, il est nécessaire de formuler une hypothèse sur le facteur de diffusion. On suppose que le facteur de diffusion est indépendant de la longueur d'onde. En pyrorélectométrie, cela concerne des longueurs d'ondes dans le proche infrarouge. Or, selon Gardner [26], les variations du facteur de diffusion sont négligeables dans le proche infrarouge pour des différences de longueurs d'ondes inférieure à 300 nm. L'hypothèse principale de la pyrorélectométrie avec l'opacité du matériau est donc que le facteur de diffusion ne dépend que de la température et est indépendant de la longueur d'onde.

$$\eta_d(T, \lambda) \rightarrow \eta_d(T). \quad (2.14)$$

Cette hypothèse revient à supposer que la fonction de distribution des réflectivités bidirectionnelles (BRDF) pour les deux longueurs d'ondes du pyrorélectromètre est homothétique. La fonction de distribution est représentée schématiquement dans la figure 2.5. La réflexion sur la surface considérée est donc supposée être de la même nature, diffuse ou spéculaire, pour des longueurs d'ondes proches. Beckmann et Spizzichino ont montré [58] que cette hypothèse repose sur la rugosité de la surface qui doit être supérieure à l'ordre de grandeur de la longueur d'onde du rayonnement réfléchi.

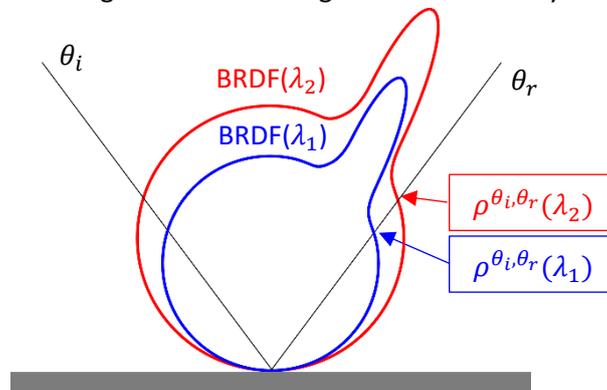


Figure 2.5 : Homothétie sur la BRDF du pyrorélectromètre.

La deuxième loi de Kirchhoff, donnée en (1.25), est appliquée pour la résolution de la température pyrorélectométrique. Étant donné que la condition d'équilibre thermodynamique est supposée dans cette loi, la pyrorélectométrie s'applique pour des matériaux dans un état d'équilibre thermodynamique.

De plus la première loi de Kirchhoff, donnée en (1.24), est utilisée pour un corps opaque. En pyrorélectométrie, il suffit que le corps soit opaque dans le proche infrarouge pour appliquer la méthode.

Le système d'équations de la pyrorélectométrie s'écrit donc :

$$\begin{cases} L^0(T_{\lambda_1}, \lambda_1) = (1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_1)) L^0(T, \lambda_1), \\ L^0(T_{\lambda_2}, \lambda_2) = (1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_2)) L^0(T, \lambda_2). \end{cases} \quad (2.15)$$

Les luminances de corps noir L^0 sont exprimées à partir de la loi simplifiée de Wien, donnée dans l'équation (1.14). Le système d'équations (2.16) obtenu permet d'exprimer de façon plus simple la température T en fonction du facteur de diffusion η_d .

$$\begin{cases} \frac{1}{T} = \frac{1}{T_{\lambda_1}} + \frac{\lambda_1}{C_2} \ln(1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_1)), \\ \frac{1}{T} = \frac{1}{T_{\lambda_2}} + \frac{\lambda_2}{C_2} \ln(1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_2)). \end{cases} \quad (2.16)$$

Dans ce système à deux équations, il y a deux inconnues, qui sont le facteur de diffusion η_d et la température T , et plusieurs grandeurs déjà déterminées par ailleurs, les températures de luminance, les réflectivités bidirectionnelles et les longueurs d'ondes. La température pyrorélectométrique T^* et le facteur de diffusion η_d^* sont les solutions de ce système d'équations (2.16). Un procédé mathématique est appliqué afin de résoudre ce système d'équations.

4.2 Résolution et conditions de convergence

Le système d'équations donné en (2.16) peut être résolu de manière graphique ou à l'aide d'un procédé itératif sur le facteur de diffusion. Dans un premier temps, la résolution graphique est explicitée. Puis la méthode itérative est détaillée dans un second temps.

La résolution graphique consiste à représenter graphiquement la température T en fonction du facteur de diffusion η_d pour les deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 . La courbe associée à la température bichromatique peut aussi être ajoutée pour vérification du point de croisement des courbes. Les équations données en (2.17) correspondent au niveau des couleurs à celles qui sont représentées dans la figure 2.6.

$$\begin{aligned} \frac{1}{T} &= \frac{1}{T_{\lambda_1}} + \frac{\lambda_1}{C_2} \ln(1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_1)), \\ \frac{1}{T} &= \frac{1}{T_{\lambda_2}} + \frac{\lambda_2}{C_2} \ln(1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_2)), \\ \frac{1}{T} &= \frac{1}{T_c} + \frac{1}{C_2 \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right)} \ln\left(\frac{1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_1)}{1 - \eta_d(T) \rho^{\theta_r, \theta_i}(T, \lambda_2)}\right). \end{aligned} \quad (2.17)$$

La figure 2.6 est un exemple de résolution graphique de la température pyrorélectométrique, réalisée à partir de valeurs expérimentales, pour des températures de luminance égales à $T_{\lambda_1} = 1547$ K et $T_{\lambda_2} = 1483$ K et pour une température bichromatique égale à $T_c = 2000$ K. La température pyrorélectométrique T^* obtenue par convergence graphique des deux températures de luminance est égale à $T^* = 1721$ K pour un facteur de diffusion égal à $\eta_d^* = 0,029$ sr. Pour cet exemple, les réflectivités bidirectionnelles sont égales à $\rho_{\lambda_1} = 17,87$ sr⁻¹ et $\rho_{\lambda_2} = 20,07$ sr⁻¹.

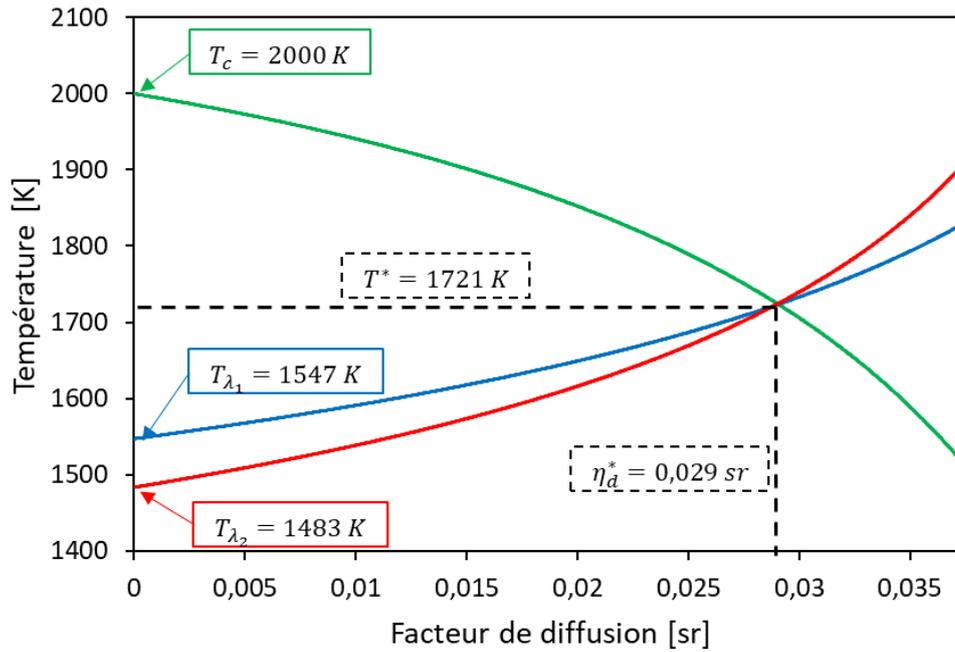


Figure 2.6 : Méthode de résolution graphique de la température pyrорélectométrique T^* .

La résolution à l'aide d'un procédé itératif sur le facteur de diffusion est une résolution numérique réalisée à partir d'un algorithme de convergence, développé spécialement pendant cette thèse. Les équations considérées pour la résolution par itération sont les deux équations de la température de luminance donnée en (2.16). La température T et le facteur de diffusion η_d sont supposés égaux pour les deux longueurs d'ondes. Le procédé itératif est appliqué sur le facteur de diffusion jusqu'à ce que la température T soit identique pour les deux équations.

La première étape de l'algorithme de convergence consiste à fixer les limites inférieures et supérieures du facteur de diffusion. L'émissivité d'une surface, définie dans le paragraphe 2.1.2 du chapitre 3, est comprise entre zéro et un. Cela implique donc à partir des équations (1.29), (1.32) et (2.12) que le facteur de diffusion est encadré selon l'équation (2.18).

$$0 \leq \eta_d \leq \min\left(\frac{1}{\rho_{\lambda_1}}, \frac{1}{\rho_{\lambda_2}}\right). \quad (2.18)$$

Le facteur de diffusion est identique pour les deux longueurs d'ondes. Il ne peut donc être supérieur au minimum de l'inverse des deux réflectivités. Si les réflectivités bidirectionnelles considérées correspondent au maximum de la BRDF (voir équation (1.27)), alors le facteur de diffusion varie entre zéro et π . Sinon, il varie entre zéro et $+\infty$. Le facteur de diffusion tend vers zéro pour une surface spéculaire, alors qu'il tend vers π pour une surface diffuse [59].

L'ordre des réflectivités mesurées a une importance cruciale sur la possibilité de convergence. Les longueurs d'ondes du pyrорélectromètre ($\lambda_1 = 1,3 \mu m$ et $\lambda_2 = 1,55 \mu m$) contraignent en effet l'ordre des réflectivités à $\rho_{\lambda_1} < \rho_{\lambda_2}$ pour la gamme de température [1500 ; 2500°C]. L'ordre des luminances spectrales est en effet identique ($L_{\lambda_1} > L_{\lambda_2}$) sur la gamme de température considérée, d'après les étalonnages effectués expérimentalement. Une inversion des réflectivités entraîne donc une impossibilité d'évaluer la température pyrорélectométrique.

L'objectif est de détecter le facteur de diffusion tel que la température T , calculée à partir des deux équations données en (2.16), est identique pour ces deux équations à un critère de convergence près,

fixé à 0,01 K et à 0,01% sur la valeur maximale du facteur de diffusion. Cette convergence est détectée par l'inversion de l'ordre des températures de luminance en fonction du facteur de diffusion, comme représentée graphiquement dans la figure 2.6.

Cette approche par dichotomie consiste à diviser en quatre segments de tailles identiques l'intervalle du facteur de diffusion. Le choix de diviser l'intervalle en quatre segments s'est avéré être le plus rapide pour cet algorithme. Pour les bornes de chacun des segments, la température T est évaluée à partir des équations données en (2.16). Le segment sur lequel il y a inversion des températures est identifié et à nouveau divisé en quatre segments de tailles identiques. L'inversion des températures est à nouveau détectée sur ce nouvel intervalle dont la taille est quatre fois plus petite. Le processus de réduction de la taille de l'intervalle du facteur de diffusion et d'identification de l'inversion des températures est poursuivi jusqu'à ce que la température T , calculée sur cet intervalle pour les deux équations données en (2.16), soit identique aux deux longueurs d'ondes à 0,01 K près sur la température et 0,01% sur la valeur maximale du facteur de diffusion.

En reprenant l'exemple qui a servi à tracer la figure 2.6, on peut déterminer la valeur maximale du coefficient de diffusion, qui est 0,05 sr. Chaque segment est donc de longueur 0,0125 sr lors de la première étape d'itération. La deuxième étape du processus d'itération consiste à effectuer l'itération sur l'intervalle [0,025 ; 0,0375 sr], qui est divisé en segments de longueurs 0,003125 sr. Le procédé itératif est résumé dans le schéma de la figure 2.7 où deux itérations sont représentées. T_1 et T_2 sont les valeurs de la température T dans les deux premières équations en (2.17) calculées pour un coefficient de diffusion η_d donné.

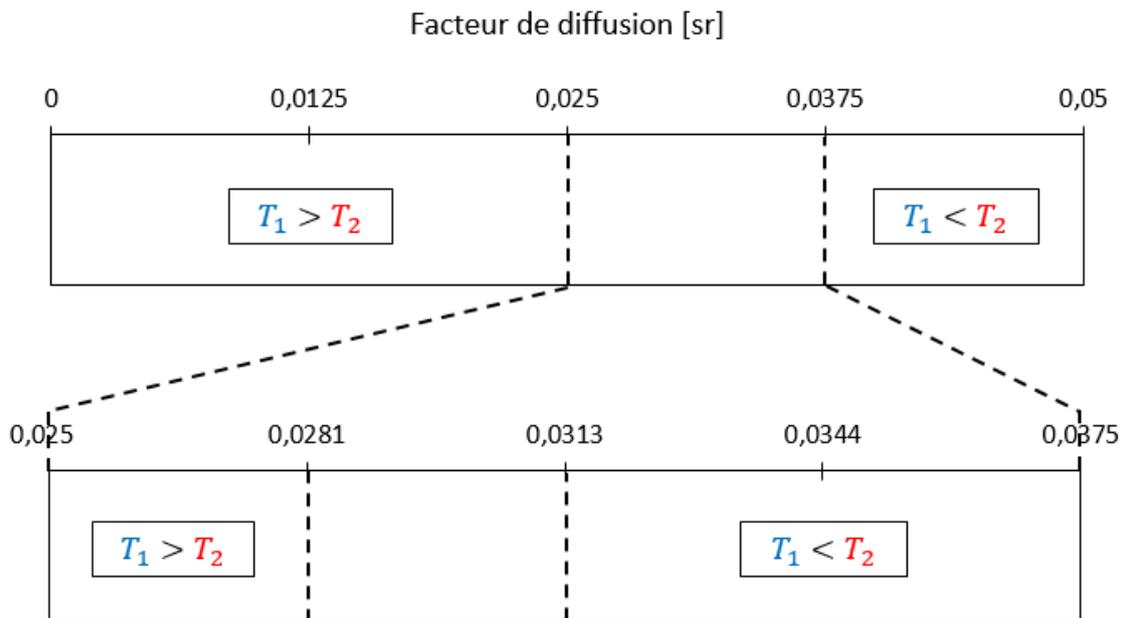


Figure 2.7 : Schéma du processus d'itération par étapes (deux étapes représentées).

L'algorithme est appliqué à l'exemple décrit précédemment. Au bout de huit itérations, la température converge pour $T^* = 1722 K$ à 0,01 K près et pour un facteur de diffusion $\eta_d^* = 0,029 sr$ à 0,01% sur sa valeur maximale. On constate que l'écart entre la résolution graphique et la résolution numérique est de seulement 1 K. La méthode utilisée pour le post-traitement des données expérimentales est la méthode numérique par itération sur le facteur de diffusion, en raison de la rapidité de l'algorithme. Les données expérimentales peuvent conduire à des situations où l'algorithme ne peut déterminer une convergence. Il est donc nécessaire d'imposer des conditions d'arrêt.

Il se peut, pour un point de donnée expérimental, qu'il n'y ait pas de convergence de la température pour les deux longueurs d'ondes sur tout l'intervalle du facteur de diffusion. La boucle itérative atteint dans ce cas la valeur maximale du facteur de diffusion. Ce type de point est alors éliminé des résultats du post-traitement.

La convergence de la température peut aussi être possible mathématiquement mais impossible physiquement. Une condition d'arrêt sur la valeur maximale de la température doit donc être imposée.

La situation présentée ci-dessus est la situation classique rencontrée dans la plupart des cas. Cependant, dans certaines conditions, il peut exister une double convergence pour le système d'équations (2.16). Mathématiquement, il existe deux solutions pour faire converger le système d'équations. Mais, une des deux solutions de convergence n'est pas physique et peut-être éliminée. Certains travaux [43, 59] proposent l'introduction d'une troisième longueur d'onde pour déterminer la convergence. L'utilisation de la température bichromatique peut aussi aider à déterminer graphiquement le point correct de convergence. Il a été observé expérimentalement que le premier point de convergence, ayant la température la plus faible, est dans la plupart des cas la solution physique à retenir. L'algorithme numérique par itération a donc été développé de telle sorte que la première convergence est systématiquement retenue comme la solution physique. Dans le cas, où les deux solutions de convergence se situent dans le même segment, alors l'inversion des températures de luminance ne pourra pas être détectée et l'algorithme supprimera le point de donnée.

Le procédé itératif de détermination de la température pyrorélectométrique est résumé dans le schéma de la figure 2.8.

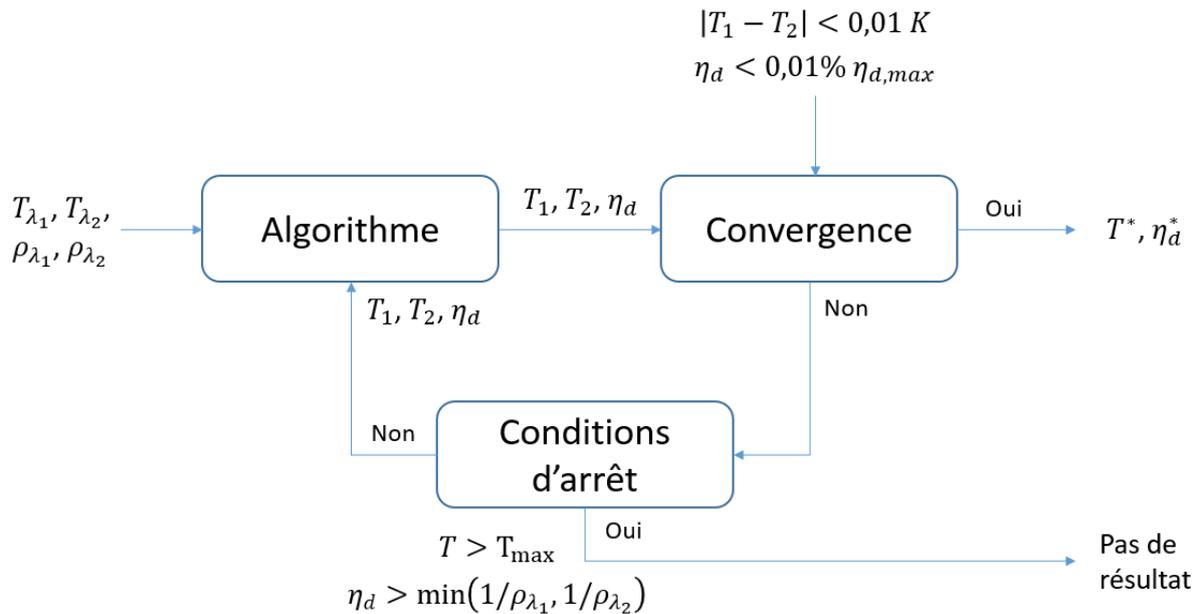


Figure 2.8 : Schéma du procédé itératif pour la détermination de la température pyrorélectométrique.

En conclusion, la température pyrorélectométrique T^* est évaluée à partir des températures de luminance et des réflectivités spectrales bidirectionnelles. Un algorithme permet d'effectuer une itération sur le facteur de diffusion η_d afin de corriger les températures de luminance des réflectivités spectrales bidirectionnelles. L'algorithme est construit de façon à être automatisé pour déterminer la température pyrorélectométrique à 0,01 K près avec des conditions d'arrêt définies par des critères physiques sur la température et le facteur de diffusion.

Conclusion

La pyrорéfectométrie est une méthode basée à la fois sur le rayonnement et les propriétés radiatives d'une surface. L'objectif est de pouvoir effectuer une mesure de température la plus précise possible. Pour cela, la mesure du rayonnement est effectuée simultanément à la mesure de la réflectivité.

La mesure du rayonnement permet dans un premier temps d'obtenir deux températures de luminance aux deux longueurs d'ondes du pyrорéfectomètre. La mesure de la réflexion d'un signal laser sur la surface considérée permet de déterminer les réflectivités bidirectionnelles aux deux longueurs d'ondes du pyrорéfectomètre.

Le pyrорéfectomètre est tout d'abord étalonné en température afin d'établir une équivalence entre le signal mesuré et la température. Pour cela, plusieurs dispositifs d'étalonnage peuvent être utilisés afin d'avoir des températures de référence. Il peut s'agir d'un corps noir dont sa température est mesurée à l'aide d'un thermocouple placé dans la cavité ou à l'aide d'un pyromètre étalon. Il peut aussi s'agir de cellules eutectiques dont la température de fusion a été caractérisée avec précision. Plusieurs couples tension – température permettent ainsi l'étalonnage du pyrорéfectomètre en utilisant l'équation de Sakuma-Hattori. Cette équation présente trois coefficients qui sont déterminés à l'aide d'au moins trois couples tension – température. Une fois l'étalonnage en température effectué, les températures de luminance peuvent être calculées à partir des signaux en tension mesurés et de l'équation de Sakuma-Hattori.

Le pyrорéfectomètre est ensuite étalonné en réflectivité afin d'établir une équivalence entre le signal mesuré et la réflectivité. Pour cela, une surface de référence en réflectivité est utilisée, où la réflectivité est donnée en fonction de la longueur d'onde. Un coefficient de réflectivité est introduit pour relier la réflectivité aux signaux mesurés, à savoir le signal émis par la photodiode et le signal réfléchi par la surface considérée. L'étalonnage en réflectivité se passe en trois étapes. La première consiste à étalonner le pyrорéfectomètre sur l'étalon de réflectivité pour déterminer le coefficient de réflectivité du pyrорéfectomètre. La deuxième étape est réalisée sur le matériau considéré dans les mêmes conditions que l'étalon afin d'obtenir la réflectivité du matériau à température ambiante. Enfin la troisième étape est effectuée sur le matériau dans les conditions expérimentales de l'essai à très haute température pour déterminer le coefficient de réflectivité du pyrорéfectomètre dans les conditions expérimentales. Une fois que ce coefficient est déterminé, les réflectivités bidirectionnelles peuvent être calculées à partir du signal émis par la photodiode, du signal réfléchi par la surface considérée et du coefficient de réflectivité.

La température pyrорéfectométrique est enfin évaluée à partir des températures de luminance qui sont corrigées des réflectivités bidirectionnelles. Les deux longueurs d'ondes permettent d'écrire un système de deux équations à deux inconnues, qui sont la température pyrорéfectométrique et un coefficient de diffusion. Une résolution graphique et un procédé mathématique itératif permettent de résoudre ce système. Pour cela, il est nécessaire de faire l'hypothèse que le facteur de diffusion est indépendant de la longueur d'onde dans le proche infrarouge. La pyrорéfectométrie est aussi basée sur l'hypothèse que le matériau considéré est opaque, à minima dans le proche infrarouge. Le procédé itératif est effectué sur le facteur de diffusion jusqu'à ce que les températures de luminance, corrigées des réflectivités, soient égales à un critère de 0,01 K près, et pour une convergence sur le facteur de diffusion à 0,01% de sa valeur maximale. Des conditions d'arrêt basées sur des critères physiques et numériques sont implémentées afin de ne sélectionner que les points d'intérêts pour la température pyrорéfectométrique. La méthode de la pyrорéfectométrie permet d'estimer des très hautes températures sur des matériaux dont l'émissivité n'est pas connue. L'évaluation des incertitudes associées à ces mesures est présentée et détaillée au chapitre suivant.

Chapitre 3

Évaluation des incertitudes

Sommaire

Introduction	58
1 Introduction aux incertitudes	59
1.1 Définitions et notations.....	59
1.2 Définitions des incertitudes-types	59
1.3 Définitions des incertitudes-types composées	60
1.3.1 Grandeurs d'entrées non corrélées.....	60
1.3.2 Grandeurs d'entrées corrélées.....	60
2 Propagation des incertitudes pour des équations d'étalonnage non-linéaires	61
2.1 Coefficients de sensibilité pour l'interpolation	61
2.2 Coefficients de sensibilité pour la méthode des moindres carrés	62
3 Application à la pyrométrie	62
3.1 Pyrométrie monochromatique	62
3.2 Pyrométrie bichromatique	63
4 Application à la pyrорélectométrie	64
4.1 Étalonnage de la température	65
4.2 Détermination des températures de luminance.....	66
4.3 Étalonnage de la réflectivité	67
4.4 Détermination des réflectivités.....	69
4.5 Bilan final d'incertitude	70
5 Évaluation des incertitudes en pyrométrie et en pyrорélectométrie	70
5.1 Évaluation des incertitudes en pyrométrie	71
5.2 Évaluation des incertitudes en pyrорélectométrie	74
5.3 Comparaison des incertitudes.....	78
Conclusion.....	80

Introduction

Ce chapitre a pour but de décrire la méthode d'évaluation des incertitudes liée à la mesure des très hautes températures par pyrométrie et par pyrорéfectométrie, et dont les résultats sont présentés dans les paragraphes 3 et 4 du chapitre 5. La température est évaluée en pyrométrie et en pyrорéfectométrie à partir de plusieurs paramètres, qui sont choisis ou mesurés, et auxquels une incertitude est associée. Ces paramètres sont par exemple des signaux mesurés et liés à l'évaluation de la température et de la réflectivité, ainsi que des paramètres liés à l'étalonnage ou au modèle choisi pour l'étalonnage des températures. Les incertitudes de ces paramètres peuvent être directement liées à la précision de la mesure ou choisies à partir de critères physiques. Le but est d'établir une méthode combinant toutes ces incertitudes pour évaluer l'incertitude totale sur la température déterminée en pyrométrie et en pyrорéfectométrie. Tout d'abord, quelques notations et définitions sont données puis la méthode générale d'évaluation des incertitudes est détaillée. Ensuite, cette méthode est appliquée à la pyrométrie monochromatique et bichromatique. Pour finir, la méthode d'évaluation des incertitudes est appliquée à la pyrорéfectométrie où l'incertitude pour chacun des paramètres est détaillée.

1 Introduction aux incertitudes

L'évaluation des incertitudes de mesures est cadrée par le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM) au travers du guide pour l'expression de l'incertitude de mesure [60]. Les éléments de vocabulaire utilisés en métrologie sont rassemblés dans le document intitulé « vocabulaire international de métrologie » [17].

1.1 Définitions et notations

Dans ce chapitre et dans la suite de ce document, le terme incertitude réfère à l'incertitude de mesure, qui signifie qu'il y a un « doute sur la validité d'un résultat d'un mesurage » [60]. Le mot incertitude s'emploie aussi pour définir les mesures quantitatives associées au concept général d'incertitude. L'incertitude de mesure est un « paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande à partir des informations utilisées » [17].

Le mesurage est un « processus consistant à obtenir expérimentalement une ou plusieurs valeurs que l'on peut raisonnablement attribuer à une grandeur » [17].

Le mesurande est la « grandeur que l'on veut mesurer » [17].

Expérimentalement, un mesurande Y est souvent mesuré indirectement et déterminé à partir de plusieurs grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N tel que $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$. On note y un résultat de mesure de Y obtenu à partir de x_1, x_2, \dots, x_N les estimations des grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N . Une incertitude est associée à chaque grandeur X_1, X_2, \dots, X_N et appelée incertitude-type, notée $u_{x_1}, u_{x_2}, \dots, u_{x_N}$. L'incertitude-type sur le résultat de mesure y du mesurande Y est déterminée à partir de chacune des incertitudes-types des grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N . Cette incertitude est appelée incertitude-type composée et notée u_y .

1.2 Définitions des incertitudes-types

Une incertitude-type est une incertitude de mesure exprimée sous la forme d'un écart-type [60]. On peut définir deux incertitudes-types : l'incertitude de type A, qui est évaluée par une analyse statistique de séries d'observations et une incertitude de type B, qui est évaluée par d'autres moyens. On suppose une variable aléatoire q , estimée à partir de la moyenne arithmétique \bar{q} de n observations indépendantes.

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n q_k \quad (3.1)$$

L'incertitude de type A [60], ou écart-type expérimental, de la mesure q_k correspond à la variance $u(q_k)$ et peut s'exprimer selon l'équation (3.2).

$$u^2(q_k) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2. \quad (3.2)$$

L'incertitude de type B [60] n'est pas calculée à partir d'observations répétées. Elle est estimée à partir d'un ensemble d'informations basée entre autres sur des spécifications du constructeur, des données d'étalonnage ou l'expérience de l'utilisateur.

On définit aussi une incertitude élargie, notée U et qui s'obtient en multipliant l'incertitude-type u par un facteur d'élargissement k , selon l'équation (3.3).

$$U = k u. \tag{3.3}$$

Cette incertitude permet de définir un intervalle au sein duquel la majorité des valeurs est incluse. En choisissant un facteur d'élargissement $k = 2$, on obtient une incertitude élargie avec un intervalle de confiance à 95%. Avec un facteur d'élargissement $k = 3$, on obtient une incertitude élargie avec un intervalle de confiance à 99%.

1.3 Définitions des incertitudes-types composées

Une incertitude-type composée est une incertitude de mesure associée à un résultat obtenu à partir de plusieurs valeurs d'autres grandeurs. Le formalisme défini dans le paragraphe 1.1 est repris où on considère une grandeur Y , définie par N grandeurs, tel que $Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)$. L'incertitude-type composée sur y est la racine carrée d'une somme des variances ou des covariances de ces grandeurs $u_{x_1}^2, u_{x_2}^2, \dots, u_{x_N}^2$, éventuellement pondérées. La détermination de l'incertitude-type composée est réalisée différemment si les grandeurs d'entrées sont corrélées entre elles ou non.

1.3.1 Grandeurs d'entrées non corrélées

L'incertitude-type composée déterminée dans ce paragraphe ne concerne que le cas où toutes les grandeurs d'entrées sont indépendantes. L'incertitude-type composée de y est calculée à partir des incertitudes-types $u_{x_1}^2, u_{x_2}^2, \dots, u_{x_N}^2$ et des dérivées partielles de la fonction f par rapport à chacune des estimations x_1, x_2, \dots, x_N des grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N .

$$u_y^2 = \sum_{j=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right)^2 u_{x_j}^2. \tag{3.4}$$

Les incertitudes-types $u_{x_1}^2, u_{x_2}^2, \dots, u_{x_N}^2$ peuvent être des incertitudes de type A ou B. Les dérivées partielles $\partial f / \partial x_j$ sont aussi appelées coefficients de sensibilité et décrivent la variation de la grandeur Y par rapport à chacune des grandeurs X_j .

Dans ce chapitre, la description des incertitudes-types composées pour des grandeurs non-corrélées est réalisée sous la forme de diagramme-type comme schématisé dans la figure 3.1.

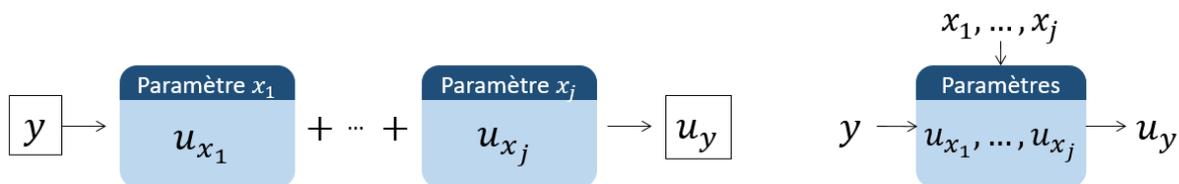


Figure 3.1 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude composée (détaillé à gauche et condensé à droite).

1.3.2 Grandeurs d'entrées corrélées

Lorsque deux, ou plus, grandeurs d'entrées sont corrélées, des termes supplémentaires liés à cette corrélation sont à prendre en compte. L'incertitude-type composée de y s'écrit donc en fonction des incertitudes-types $u_{x_1}, u_{x_2}, \dots, u_{x_N}$, des dérivées partielles de la fonction f par rapport à chacune des estimations x_1, x_2, \dots, x_N des grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N et un coefficient de corrélation $r(x_i, x_j)$.

$$u_y^2 = \sum_{j=1}^N \left(\frac{\partial f}{\partial x_j} \right)^2 u_{x_j}^2 + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u_{x_i} u_{x_j} r(x_i, x_j). \quad (3.5)$$

Les incertitudes-types $u_{x_1}^2, u_{x_2}^2, \dots, u_{x_N}^2$ peuvent être des incertitudes de type A ou B. La détermination des coefficients de sensibilité $\partial f / \partial x_j$ peut être complexe, notamment dans le cas d'équations non-linéaires. La section suivante s'intéresse au calcul de ces coefficients de sensibilité pour des équations d'étalonnage non-linéaires.

2 Propagation des incertitudes pour des équations d'étalonnage non-linéaires

En pyrométrie, l'étalonnage peut être effectué à partir de l'équation de Sakuma-Hattori (1.17) qui est non-linéaire vis-à-vis de la température. Les coefficients de sensibilité ont été calculés en suivant la méthode proposée par Saunders [22].

On considère une variable y définie par une variable x et N paramètres a_i , soit $y = y(x, a_1, a_2, \dots, a_N)$. En pyrométrie, y représente le signal mesuré et x représente la température. L'étalonnage du dispositif de mesure est réalisé à partir de M couples de mesures (x_i, y_i) . La dépendance de la variable y peut donc s'écrire selon l'équation (3.6).

$$y = y(x, x_1, x_2, \dots, x_M, y_1, y_2, \dots, y_M). \quad (3.6)$$

Dans un premier temps, les coefficients de sensibilité sont calculés pour une interpolation (ajustement exact avec $M = N$). Dans un second temps, les coefficients de sensibilité sont calculés pour la méthode des moindres carrés ($M > N$).

2.1 Coefficients de sensibilité pour l'interpolation

Dans le cas de l'interpolation, on considère que le nombre de couples de mesures (x_i, y_i) est égal au nombre de paramètres a_i , soit $M = N$. Dans ce cas, la fonction $y(x, a_1, a_2, \dots, a_N)$ passe exactement par les couples de mesures (x_i, y_i) . Pour effectuer le calcul de l'incertitude (voir paragraphe 1.3) de la grandeur y définie en (3.6), il est nécessaire de calculer les coefficients de sensibilité $\partial y / \partial x_i$ et $\partial y / \partial y_i$. Ceux-ci peuvent être exprimés [22] en fonction des dérivées partielles $\partial y / \partial a_i$.

$$\frac{\partial y}{\partial x_i} = - \frac{\partial y}{\partial x} \Big|_{x=x_i} \sum_{j=1}^N \mathbf{M}_{i,j}^{-1} \frac{\partial y}{\partial a_j}, \quad (3.7)$$

$$\frac{\partial y}{\partial y_i} = \sum_{j=1}^N \mathbf{M}_{i,j}^{-1} \frac{\partial y}{\partial a_j}, \quad (3.8)$$

avec $\mathbf{M}_{i,j}^{-1}$ l'élément (i, j) de l'inverse de la matrice \mathbf{M} , dont les éléments sont donnés par :

$$\mathbf{M}_{i,j} = \frac{\partial y}{\partial a_i} \Big|_{x=x_j}. \quad (3.9)$$

2.2 Coefficients de sensibilité pour la méthode des moindres carrés

Dans le cas de la méthode des moindres carrés, on considère que le nombre de couples de mesures (x_i, y_i) est supérieur au nombre de paramètres a_i , soit $M > N$. Comme précédemment, il est nécessaire de calculer les coefficients de sensibilité $\partial y / \partial x_i$ et $\partial y / \partial y_i$ afin de les exprimer en fonction des dérivées partielles $\partial y / \partial a_i$.

$$\frac{\partial y}{\partial x_i} = \sum_{j=1}^N [\mathbf{BH}^{-1}]_{i,j} \frac{\partial y}{\partial a_j}, \quad (3.10)$$

$$\frac{\partial y}{\partial y_i} = \sum_{j=1}^N [\mathbf{CH}^{-1}]_{i,j} \frac{\partial y}{\partial a_j}, \quad (3.11)$$

avec $[\mathbf{BH}^{-1}]_{i,j}$ et $[\mathbf{CH}^{-1}]_{i,j}$ l'élément (i, j) du produit matriciel \mathbf{BH}^{-1} et \mathbf{CH}^{-1} . Les éléments des matrices \mathbf{B} , \mathbf{C} et \mathbf{H} sont définis de la façon suivante, où \mathbf{B} et \mathbf{C} sont des matrices de taille $M \times N$ et \mathbf{H} de taille $N \times N$:

$$\mathbf{B}_{i,j} = -w_i \left(\frac{\partial y}{\partial x} \frac{\partial y}{\partial a_j} \right) \Big|_{x=x_i} + w_i (y_i - y(x_i)) \frac{\partial^2 y}{\partial x \partial a_j} \Big|_{x=x_i}, \quad (3.12)$$

$$\mathbf{C}_{i,j} = w_i \frac{\partial y}{\partial a_j} \Big|_{x=x_i}, \quad (3.13)$$

$$\mathbf{H}_{i,j} = \sum_{k=1}^M w_k \left(\frac{\partial y}{\partial a_i} \frac{\partial y}{\partial a_j} \right) \Big|_{x=x_k}, \quad (3.14)$$

avec w_i le poids de chaque couple de mesure, tel que :

$$w_i = \left[u_{y_i}^2 + \left(\frac{\partial y}{\partial x} \Big|_{x=x_i} u_{x_i} \right)^2 \right]^{-1}. \quad (3.15)$$

Ces coefficients de sensibilité sont utilisés par la suite pour l'évaluation des incertitudes de mesures des très hautes températures par pyrométrie et par pyrорélectométrie.

3 Application à la pyrométrie

Ce paragraphe s'intéresse au calcul de l'incertitude de mesure des très hautes températures par pyrométrie monochromatique et bichromatique. Dans les deux cas, la méthode de calcul d'incertitudes est appliquée pour des pyromètres commerciaux.

3.1 Pyrométrie monochromatique

La méthode de la pyrométrie monochromatique est détaillée dans le paragraphe 2.3.1 du chapitre 1. Une température de luminance T_λ est déterminée. La température vraie de la surface considérée peut être déterminée à partir de la température T_λ et de l'émissivité ϵ_λ selon l'équation (1.34). L'évaluation des incertitudes de mesures réalisée dans ce paragraphe s'inscrit dans le cadre des mesures présentées dans le chapitre 5. La présence d'un hublot lors des mesures entre le pyromètre et la surface considérée nécessite d'ajouter un coefficient de transmission τ_λ dans le logarithme. Ce coefficient de

transmission a été mesuré à l'aide d'une lampe à ruban de tungstène (voir paragraphe 3.1.3 du chapitre 1).

On peut définir une incertitude u_{T_λ} sur la température de luminance T_λ , composée de l'incertitude $u_{constructeur}$ fournie par le constructeur ainsi que l'incertitude $u_{transmission}$ sur la transmission du hublot. On peut aussi définir une incertitude $u_{T,mono}$ sur la température vraie T , qui est composée de l'incertitude sur la température T_λ ainsi que l'incertitude $u_{émissivité}$ sur l'émissivité ϵ_λ .

L'incertitude $u_{constructeur}$ est une incertitude de type B, puisqu'il s'agit d'une donnée fournie par le constructeur et non déterminée à partir d'une série d'observations.

L'incertitude $u_{transmission}$ est une incertitude de type A, car elle est déterminée à partir d'une série de mesures. Elle s'ajoute à l'incertitude $u_{constructeur}$. L'incertitude u_{T_λ} s'exprime selon l'équation (3.16) à partir de la formule de propagation des incertitudes donnée dans l'équation (3.4). Les incertitudes sont calculées dans la suite de ce travail avec un facteur d'élargissement $k = 1$.

$$u_{T_\lambda}^2 = u_{constructeur}^2 + u_{transmission}^2 \quad (3.16)$$

avec $u_{transmission} = (\partial T_\lambda / \partial \tau_\lambda) u_{\tau_\lambda}$, où $\partial T_\lambda / \partial \tau_\lambda$ est le coefficient de sensibilité dont l'expression est détaillée en annexe C.1.

L'incertitude $u_{émissivité}$ sur l'émissivité est une incertitude de type B, car l'incertitude u_{ϵ_λ} est choisie à partir du matériau et des données disponibles dans la littérature. L'incertitude $u_{T,mono}$ s'exprime selon l'équation (3.17) à partir de la formule de propagation des incertitudes donnée en (3.4).

$$u_{T,mono}^2 = \left(\frac{\partial T}{\partial T_\lambda}\right)^2 u_{T_\lambda}^2 + u_{émissivité}^2 \quad (3.17)$$

$$u_{T,mono}^2 = \left(\frac{\partial T}{\partial T_\lambda}\right)^2 u_{constructeur}^2 + \left(\frac{\partial T}{\partial T_\lambda}\right)^2 u_{transmission}^2 + u_{émissivité}^2$$

avec $u_{émissivité} = (\partial T / \partial \epsilon_\lambda) u_{\epsilon_\lambda}$, où $\partial T / \partial T_\lambda$ et $\partial T / \partial \epsilon_\lambda$ sont les coefficients de sensibilité dont les expressions sont détaillées en annexe C.1.

L'incertitude en pyrométrie monochromatique sur la température de luminance T_λ ainsi que sur la température vraie T est résumée dans le schéma de la figure 3.2.

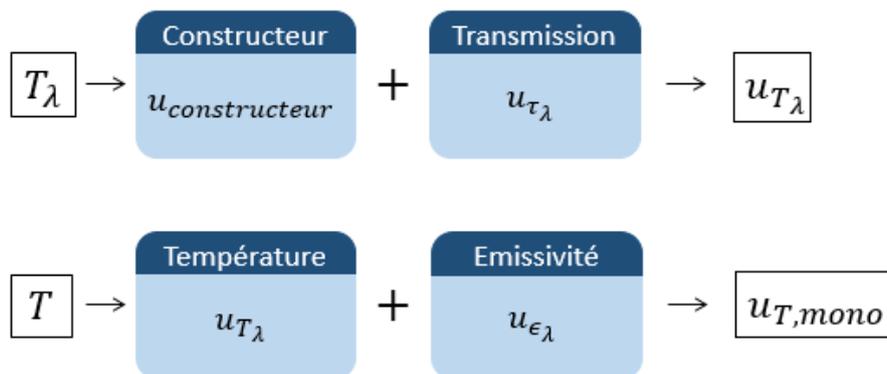


Figure 3.2 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude en pyrométrie monochromatique.

3.2 Pyrométrie bichromatique

La méthode de la pyrométrie bichromatique est détaillée dans le paragraphe 2.3.2 du chapitre 1. Une température bichromatique T_c est déterminée. La température vraie de la surface considérée peut être déterminée à partir de la température T_c et des émissivités ϵ_{λ_1} et ϵ_{λ_2} aux deux longueurs d'ondes

selon l'équation (1.37). De la même manière qu'en pyrométrie monochromatique, la présence d'un hublot est prise en compte avec sa transmission aux deux longueurs d'ondes du pyromètre. L'évaluation des incertitudes sur le coefficient de transmission est, en pyrométrie bichromatique, réalisée sur le rapport des transmissions qui intervient dans le logarithme de l'équation (1.37).

On peut définir une incertitude u_{T_c} sur la température bichromatique T_c qui est composée de l'incertitude $u_{constructeur}$ fournie par le constructeur ainsi que l'incertitude $u_{transmission}$ sur le rapport des transmissions $\tau_{\lambda_{12}}$ aux deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 du hublot. On peut aussi définir une incertitude $u_{T,bichro}$ sur la température vraie T , qui est composée de l'incertitude sur la température T_c ainsi que l'incertitude $u_{émissivité}$ sur le rapport des émissivités $\epsilon_{\lambda_{12}}$ aux deux longueurs d'ondes λ_1 et λ_2 . Pour les mêmes raisons qu'en pyrométrie monochromatique, $u_{transmission}$ est une incertitude de type A, alors que $u_{constructeur}$ et $u_{émissivité}$ sont des incertitudes de type B. L'incertitude u_{T_c} s'exprime selon l'équation (3.18) à partir de la formule de propagation des incertitudes donnée en (3.4). Les incertitudes sont calculées dans la suite de ce travail avec un facteur d'élargissement $k = 1$.

$$u_{T_c}^2 = u_{constructeur}^2 + u_{transmission}^2 \quad (3.18)$$

avec $u_{transmission} = (\partial T_c / \partial \tau_{\lambda_{12}}) u_{\tau_{\lambda_{12}}}$, où $\partial T_c / \partial \tau_{\lambda_{12}}$ est le coefficient de sensibilité associé au rapport de transmission aux deux longueurs d'ondes, dont l'expression est détaillée en annexe C.2.

L'incertitude $u_{T,bichro}$ sur la température vraie s'exprime selon l'équation (3.19) à partir de la formule de propagation des incertitudes donnée en (3.4).

$$u_{T,bichro}^2 = \left(\frac{\partial T}{\partial T_c} \right)^2 u_{T_c}^2 + u_{émissivité}^2 \quad (3.19)$$

avec $u_{émissivité} = (\partial T / \partial \epsilon_{\lambda_{12}}) u_{\epsilon_{\lambda_{12}}}$, où $\partial T / \partial T_c$ et $\partial T / \partial \epsilon_{\lambda_{12}}$ sont les coefficients de sensibilité sur la température bichromatique et le rapport d'émissivités aux deux longueurs d'ondes, dont les expressions sont détaillées en annexe C.2.

L'incertitude en pyrométrie bichromatique sur la température bichromatique T_c ainsi que sur la température vraie T est résumée dans le schéma de la figure 3.3.

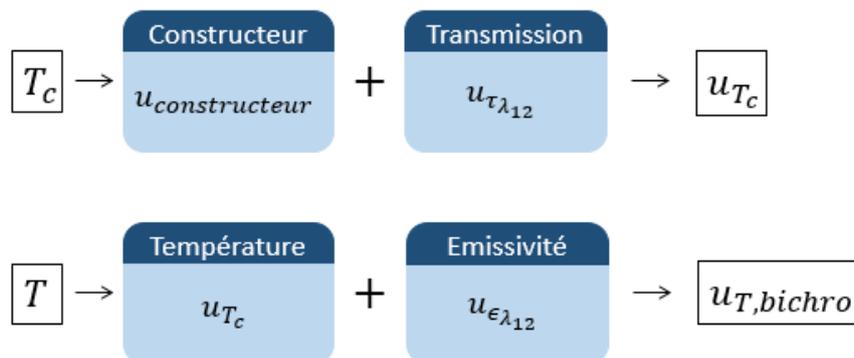


Figure 3.3 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude en pyrométrie bichromatique.

4 Application à la pyroréfectométrie

Ce paragraphe s'intéresse au calcul de l'incertitude de mesure des très hautes températures par pyroréfectométrie. Le travail présenté ici a fait l'objet d'une présentation au congrès de la SFT [61].

La pyrорélectométrie est basée sur l'équation de Sakuma-Hattori donnée en (2.1) pour la détermination de la température de luminance, sur les équations (2.5) à (2.9) pour la détermination des réflectivités et sur l'équation (2.16) pour la détermination de la température pyrорélectométrique. L'évaluation des incertitudes est réalisée de manière détaillée à partir de la méthode présentée dans les sections 1 et 2. Les incertitudes sur les signaux S sont calculées pour cette application sur la pyrорélectométrie avec un facteur d'élargissement $k = 1$.

4.1 Étalonnage de la température

L'étalonnage du pyrорélectomètre sur la température de luminance T_λ est réalisé sur M points de référence formant ainsi une série de couples $[S_i, T_i]$, correspondant au signal S_i mesuré pour la température de référence T_i . Une incertitude u_{S_i} est associée à la mesure du signal à l'étalonnage et correspond à un écart-type, avec un facteur d'élargissement $k = 1$, réalisé lors de l'étalonnage sur le point correspondant. Il s'agit donc d'une incertitude de type A. Une incertitude u_{T_i} est associée à la température du point de référence. Il s'agit d'une incertitude de type B dont la valeur est déterminée par le système métrologique utilisé pour l'étalonnage. Les M points d'étalonnage sont corrélés entre eux au travers de l'équation de Sakuma-Hattori défini en (1.17). L'équation (3.4) ne peut donc pas être appliquée, mais il est nécessaire de considérer les termes corrélés donnés dans l'équation (3.5). Dans ce travail, l'incertitude due à l'étalonnage $u_{\text{etalonnage}}$ est basée sur la méthode proposée par Saunders [22] et décrite dans la section 2, qui prend en compte les termes corrélés. L'incertitude $u_{\text{etalonnage}}(T)$ correspond à l'incertitude liée à l'étalonnage pour le point de mesure à la température T obtenu pour un signal $S(T)$.

$$u_{\text{etalonnage}}^2(T) = \left[\sum_{i=1}^M \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T_i} u_{T_i} \right)^2 + \sum_{i=1}^M \left(\frac{\partial S(T)}{\partial S_i} u_{S_i} \right)^2 \right] \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T} \right)^{-2}, \quad (3.20)$$

avec $\partial S(T)/\partial T_i$ le coefficient de sensibilité sur la température de référence T_i et $\partial S(T)/\partial S_i$ le coefficient de sensibilité sur le signal mesuré à l'étalonnage S_i , définis dans la section 2 et calculés pour $N = 3$ paramètres (trois coefficients k_1 , k_2 et k_3). Les dérivées nécessaires au calcul de l'incertitude sont données dans l'annexe D.1.

Dans ce travail, deux étalonnages ont été effectués sur deux systèmes métrologiques différents : un étalonnage sur corps noir avec treize points de températures et un étalonnage sur des cellules eutectiques avec trois points de températures. La comparaison de ces deux étalonnages est présentée dans le paragraphe 2.2.2 du chapitre 5. Dans la suite de ce paragraphe, une analyse du terme d'incertitude lié à l'étalonnage est effectuée. Pour plus de simplicité, cette analyse est réalisée pour l'étalonnage sur trois points (1597, 2226, 2748 K), dont l'incertitude $u_{\text{etalonnage}}$ est représentée dans la figure 3.4. L'incertitude u_{T_i} est fixée à 1K pour chacun des points de températures. Des laboratoires de métrologie ont mesuré très précisément [20, 32, 34] la température de fusion de ces cellules eutectiques. Pour cet étalonnage, il a été choisi de majorer l'incertitude donnée par les laboratoires de métrologie et de la fixer à 1K.

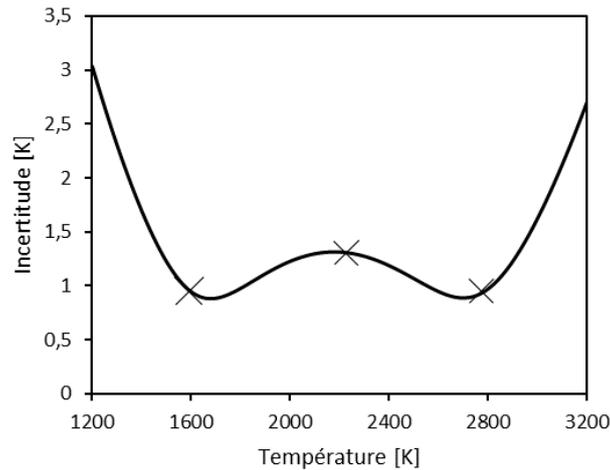


Figure 3.4 : Incertitude sur l'étalonnage réalisé à partir de trois points de températures.

Les résultats de la figure 3.4 montrent qu'en dehors de l'étalonnage [1600 ; 2750 K], l'extrapolation de la température conduit à une augmentation significative du terme d'incertitude lié à l'étalonnage. Dans la zone d'étalonnage, on peut observer un maximum d'incertitude vers 2200K. Ceci est dû à la dépendance des coefficients de sensibilité à la température. Cette dépendance à la température est détaillée dans l'annexe D.2.

En fonction de l'incertitude choisie sur les températures u_{T_i} pour les points d'étalonnage, l'incertitude sur la mesure des signaux à l'étalonnage (correspondant à $\partial S(T)/\partial S_i$) peut être négligée relativement au terme $\partial S(T)/\partial T_i$ (voir équation (3.20)). En effet pour $u_{T_i} > 2 K$, alors l'incertitude sur le signal est négligeable. Pour $0,6 < u_{T_i} < 2 K$, l'incertitude sur le signal ne peut pas être négligée mais reste inférieure à celle sur la température. Pour $u_{T_i} < 0,6 K$, l'incertitude sur le signal devient prépondérante relativement à celle sur la température, mais ce cas est très hypothétique compte tenu du matériel présent sur l'installation VITI ainsi que de l'hétérogénéité en température du four VITI [35]. L'étalonnage peut donc être optimisé en choisissant un mode d'étalonnage avec de faibles incertitudes sur les températures des points d'étalonnage. Cette optimisation a pu être réalisée expérimentalement et est détaillée dans le paragraphe 2.2.2 du chapitre 5.

4.2 Détermination des températures de luminance

Le calcul des températures de luminance avec le pyrroreflectomètre se fait à partir de l'équation de Sakuma-Hattori donnée en (2.1), dont les trois coefficients ont été déterminés lors de l'étalonnage. L'incertitude sur les températures de luminance dépend donc de l'étalonnage au travers de $u_{\text{etalonnage}}$, de l'interpolation $u_{\text{interpolation}}$ entre les différents points d'étalonnage et de la mesure du signal u_{signal} auxquelles il faut ajouter l'incertitude sur l'émissivité $u_{\text{émissivité}}$ de la cavité du système d'étalonnage (corps noir ou cellules eutectiques) et sur la transmission $u_{\text{transmission}}$ d'éventuels hublots. Cela conduit à écrire l'incertitude sur la température de luminance sous la forme de l'équation (3.21).

$$u_{T_\lambda}^2(T) = u_{\text{etalonnage}}^2(T) + u_{\text{interpolation}}^2(T) + u_{\text{signal}}^2(T) + u_{\text{émissivité}}^2(T) + u_{\text{transmission}}^2(T). \quad (3.21)$$

L'interpolation entre les différents points d'étalonnage est due à l'écart entre le modèle de Sakuma-Hattori et le comportement réel du détecteur. L'incertitude associée est exprimée en [62] et s'écrit sous la forme de l'équation (3.22).

$$u_{interpolation}(T) = E\lambda^2(T - T_1)(T - T_2)(T - T_3), \quad (3.22)$$

avec T_1, T_2 et T_3 des températures réparties de façon équidistante sur la gamme d'étalonnage et E un coefficient, fonction de la longueur d'onde et de la température moyenne d'étalonnage $T_{moy} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m T_i$, défini comme $E = \frac{c_2^2}{12(\lambda T_{moy})^4} \left(1 - 1/\left(1 - \exp\left(-\frac{c_2}{\lambda T_{moy}}\right) \right)^2 \right)$.

L'incertitude due à la mesure du signal est fonction du coefficient de sensibilité $\partial T/\partial S$ et de l'écart-type expérimental u_S sur le signal. L'incertitude u_S est donc une incertitude de type A.

$$u_{signal}(T) = \frac{\partial T}{\partial S} u_S. \quad (3.23)$$

De la même façon, les incertitudes sur l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage et sur la transmission d'éventuels hublots s'expriment selon les équations (3.24) et (3.25).

$$u_{émissivité}(T) = \frac{\partial T}{\partial \epsilon} u_\epsilon, \quad (3.24)$$

avec u_ϵ , l'incertitude sur l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage.

$$u_{transmission}(T) = \frac{\partial T}{\partial \tau} u_\tau, \quad (3.25)$$

avec u_τ l'incertitude sur la transmission d'éventuels hublots présents soit lors de l'étalonnage, soit lors des mesures.

Idéalement, le terme $u_{transmission}$ est égal à zéro si tous les hublots sont présents et inchangés à la fois lors de l'étalonnage et lors des mesures.

Le calcul de l'incertitude sur la température de luminance T_λ en pyrorélectométrie peut être résumé à l'aide du diagramme-type de la figure 3.5.

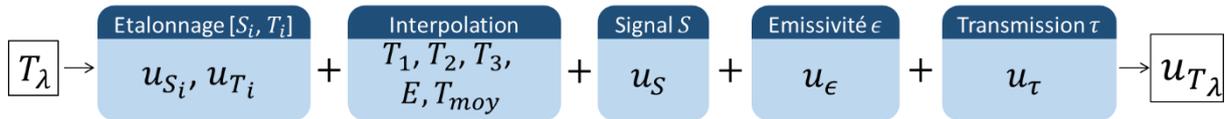


Figure 3.5 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la température de luminance en pyrorélectométrie.

4.3 Étalonnage de la réflectivité

La température de convergence T^* du pyrorélectomètre est obtenue par la correction des températures de luminance T_λ avec les réflectivités ρ_λ . L'étalonnage des réflectivités conduit à des incertitudes qui doivent donc être prise en compte dans le calcul de l'incertitude sur la température de convergence. La méthode pour l'étalonnage en réflectivité développée ci-dessous est celle utilisée dans le pyrorélectomètre développé par Jean-Louis Sans au laboratoire PROMES.

L'étalonnage en réflectivité permet de définir un coefficient K selon l'équation (3.26).

$$K = \frac{S^R}{\rho S^{PD}}, \quad (3.26)$$

avec S^R le signal réfléchi par la surface considérée, S^{PD} le signal émis par la photodiode et ρ la réflectivité de la surface considérée.

La mesure de réflectivité est très sensible aux conditions géométriques expérimentales. Il est donc indispensable d'effectuer l'étalonnage en réflectivité avant chaque essai afin de tenir compte des distances échantillon – pyrорéfectomètre propres à chaque essai.

L'objectif est de déterminer le coefficient K pour le pyrорéfectomètre sur le matériau considéré dans les conditions expérimentales des mesures ultérieures. Pour cela, il est nécessaire de connaître la réflectivité du matériau à froid, qui peut être déterminée à partir de la comparaison des signaux entre le matériau et une surface étalon à conditions géométriques identiques (les plus proches possibles des conditions géométriques expérimentales).

L'étalonnage en réflectivité va donc se dérouler en trois étapes successives :

- Sur une surface étalon (S_{et}^R et S_{et}^{PD}) pour déterminer le coefficient K_{et} du pyrорéfectomètre,
- Sur le matériau (S_{ech-et}^R et S_{ech-et}^{PD}) dans les mêmes conditions que l'étalon pour déterminer la réflectivité absolue à froid du matériau ρ_{abs} ,
- Sur le matériau (S_{ech}^R et S_{ech}^{PD}) dans les conditions expérimentales ultérieures pour déterminer le coefficient K_{ech} du pyrорéfectomètre à froid.

La première étape de l'étalonnage est effectuée sur une surface étalon dont la réflectivité directionnelle hémisphérique $\rho^{\theta,\Omega}$ est connue et dont la réflectivité bidirectionnelle ρ^{θ_i,θ_r} peut être déterminée simplement, telle que : $\rho^{\theta,\Omega} = \frac{4\pi}{5} \rho^{\theta_i,\theta_r} = 2,513 \rho^{\theta,\Omega}$. Cette étape permet de déterminer le coefficient K_{et} du pyrорéfectomètre.

$$K_{et} = \frac{S_{et}^R}{\rho_{et} S_{et}^{PD}}, \quad (3.27)$$

avec S_{et}^R le signal réfléchi, S_{et}^{PD} le signal de la photodiode et ρ_{et} la réflectivité étalon.

L'incertitude sur la détermination du coefficient K_{et} s'écrit à partir des incertitudes de type A sur les mesures des signaux et l'incertitude de type B donnée par le constructeur sur la réflectivité étalon.

$$u_{K_{et}}^2 = \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial S_{et}^R} \right)^2 u_{S_{et}^R}^2 + \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial \rho_{et}} \right)^2 u_{\rho_{et}}^2 + \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial S_{et}^{PD}} \right)^2 u_{S_{et}^{PD}}^2. \quad (3.28)$$

La deuxième étape de l'étalonnage peut maintenant être réalisée sur le matériau dans des conditions expérimentales strictement identiques aux précédentes afin d'utiliser le coefficient K_{et} déterminé précédemment. Cette étape permet de déterminer la réflectivité à froid du matériau considéré. Cette réflectivité est appelé réflectivité absolue et son expression est donnée dans l'équation (3.29).

$$\rho_{abs} = \frac{S_{ech-et}^R}{K_{et} S_{ech-et}^{PD}}, \quad (3.29)$$

avec S_{ech-et}^R le signal réfléchi et S_{ech-et}^{PD} le signal de la photodiode.

L'incertitude sur la détermination de la réflectivité absolue ρ_{abs} s'écrit à partir des incertitudes de type A sur les mesures des signaux ainsi que celle sur le coefficient K_{et} précédemment calculée.

$$u_{\rho_{abs}}^2 = \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial S_{ech-et}^R} \right)^2 u_{S_{ech-et}^R}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial K_{et}} \right)^2 u_{K_{et}}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial S_{ech-et}^{PD}} \right)^2 u_{S_{ech-et}^{PD}}^2. \quad (3.30)$$

La troisième étape de l'étalonnage consiste maintenant à se placer dans les conditions géométriques expérimentales, correspondant aux mesures ultérieures, afin de déterminer le coefficient K_{ech} sur le matériau à froid dont la réflectivité ρ_{abs} est connue. Cet étalonnage est appelé relatif et le coefficient de réflectivité du matériau K_{ech} s'exprime selon l'équation (3.31).

$$K_{ech} = \frac{S_{ech}^R}{\rho_{abs} S_{ech}^{PD}}, \quad (3.31)$$

avec S_{ech}^R le signal réfléchi et S_{ech}^{PD} le signal de la photodiode.

L'incertitude sur la détermination du coefficient K_{ech} s'écrit à partir des incertitudes de type A sur les mesures des signaux ainsi que celle sur la réflectivité absolue précédemment calculée.

$$u_{K_{ech}}^2 = \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial S_{ech}^R} \right)^2 u_{S_{ech}^R}^2 + \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial \rho_{abs}} \right)^2 u_{\rho_{abs}}^2 + \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial S_{ech}^{PD}} \right)^2 u_{S_{ech}^{PD}}^2. \quad (3.32)$$

Cette dernière incertitude, donnée en (3.32), sur le coefficient K_{ech} dépend de tous les paramètres introduits dans ce paragraphe et sera utilisée pour le calcul de l'incertitude sur la mesure de la réflectivité.

Le calcul de l'incertitude due à l'étalonnage en réflectivité en pyrorélectométrie peut être résumé à l'aide du diagramme-type de la figure 3.6.

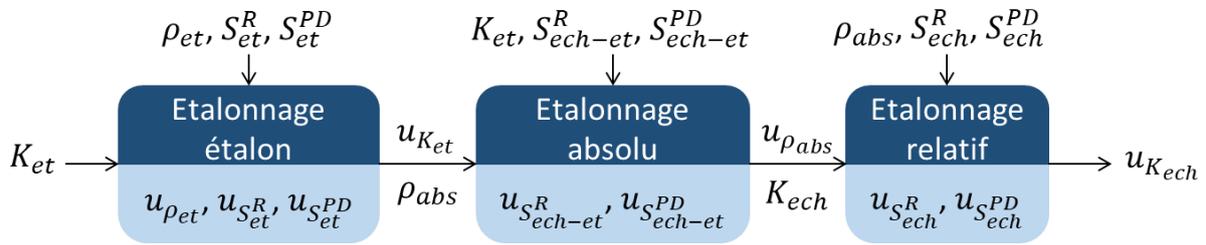


Figure 3.6 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude due à l'étalonnage en réflectivité en pyrorélectométrie.

4.4 Détermination des réflectivités

Lors des mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie, la réflectivité du matériau considéré va évoluer. La réflectivité est donc mesurée à partir du coefficient K_{ech} déterminé à l'étalonnage et dépendant uniquement des conditions géométriques et du pyrorélectomètre. La mesure du signal réfléchi S_{mesure}^R et du signal émis par la photodiode S_{mesure}^{PD} permet de déterminer la réflectivité du matériau ρ_{mesure} à partir de l'équation (3.33).

$$\rho_{mesure} = \frac{S_{mesure}^R}{K_{ech} S_{mesure}^{PD}}. \quad (3.33)$$

L'incertitude sur la détermination de la réflectivité du matériau ρ_{mesure} s'écrit à partir des incertitudes de type A sur les mesures des signaux ainsi que celle sur le coefficient K_{ech} calculée à l'étalonnage.

$$u_{\rho_{mesure}}^2(T) = \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial S_{mesure}^R} \right)^2 u_{S_{mesure}^R}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial K_{ech}} \right)^2 u_{K_{ech}}^2 + \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial S_{mesure}^{PD}} \right)^2 u_{S_{mesure}^{PD}}^2. \quad (3.34)$$

Le calcul de l'incertitude sur la réflectivité en pyrorélectométrie peut être résumé à l'aide du diagramme-type de la figure 3.7.

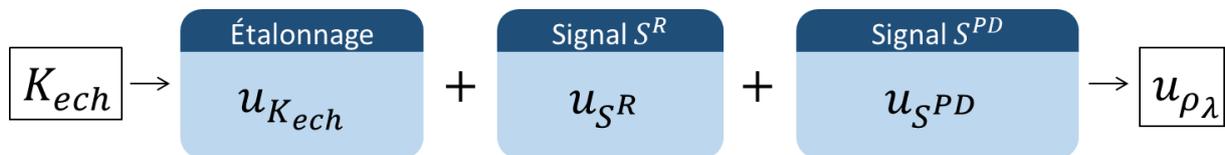


Figure 3.7 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la réflectivité en pyrorélectométrie.

4.5 Bilan final d'incertitude

Les paragraphes précédents ont permis de déterminer les incertitudes sur les étalonnages en températures et en réflectivités ainsi que les incertitudes sur les mesures des températures et des réflectivités. Afin d'effectuer le bilan final d'incertitude il est nécessaire d'ajouter l'incertitude sur la longueur d'onde, qui est ajustée en fonction des signaux de l'étalonnage en température (voir la notion de longueur d'onde efficace dans le paragraphe 2.1 du chapitre 2), ainsi que l'incertitude sur le facteur de diffusion.

L'incertitude sur la longueur d'onde u_{lambda} est fonction de la largeur spectrale des filtres monochromatiques égales à $u_{\lambda} = 50 \text{ nm}$, ainsi que de la sensibilité de la température à la longueur d'onde, comme décrit dans l'équation (3.35).

$$u_{lambda}(T) = \frac{\partial T^*}{\partial \lambda} u_{\lambda}. \quad (3.35)$$

L'incertitude sur le facteur de diffusion u_{eta} est déterminée en fonction de la précision du modèle de calcul de la température T^* .

$$u_{eta}(T) = \frac{\partial T^*}{\partial \eta_d} u_{\eta_d}, \quad (3.36)$$

avec $u_{\eta_d} = 0,01 \%$ d'après le paragraphe 4.2 du chapitre 2.

Le bilan final d'incertitude sur la température de convergence T^* du pyroréfectomètre est donc fonction des incertitudes $u_{T_{\lambda}}$ donnée dans l'équation (3.21), $u_{\rho_{mesure}}$ donnée dans l'équation (3.34), u_{lambda} donnée dans l'équation (3.35) et u_{eta} donnée dans l'équation (3.36), ce qui conduit au bilan final suivant.

$$u_{T^*}^2 = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 u_{T_{\lambda}}^2 + \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 u_{\rho_{mesure}}^2(T) + u_{lambda}^2(T) + u_{eta}^2(T). \quad (3.37)$$

Le calcul de l'incertitude sur la température pyroréfectométrique T^* peut être résumé à l'aide du diagramme-type de la figure 3.8.

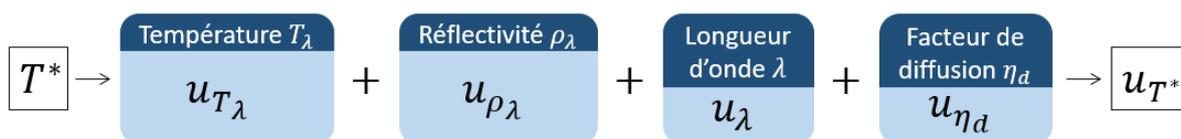


Figure 3.8 : Diagramme-type de calcul de l'incertitude sur la température pyroréfectométrique T^* .

5 Évaluation des incertitudes en pyrométrie et en pyroréfectométrie

Dans ce paragraphe, une évaluation des incertitudes en pyrométrie et en pyroréfectométrie est proposée en se basant sur le développement du calcul présenté dans la section précédente. Les incertitudes sur les signaux S sont calculées avec un facteur d'élargissement $k = 1$.

5.1 Évaluation des incertitudes en pyrométrie

La méthode d'évaluation des incertitudes de mesures de très hautes températures est appliquée dans ce paragraphe à la pyrométrie monochromatique et bichromatique. Pour cela cinq points de températures ont été sélectionnés (1600 K, 1900 K, 2200 K, 2400 K, 2700 K). Tous les termes donnés dans les équations de la section 3 sont déterminés un par un à partir des équations générales (3.17) et (3.19). Cela revient à calculer :

- le terme lié à l'incertitude donnée par le constructeur,
- le terme lié à l'incertitude sur la transmission des hublots,
- le terme lié à l'incertitude sur l'émissivité.

Les données d'entrée nécessaires aux calculs d'incertitudes en pyrométrie monochromatique et bichromatique sont résumées dans le tableau 3.1.

	Pyrométrie monochromatique	Pyrométrie bichromatique
Longueur d'onde λ [μm]	1	0,95 et 1,05
Température T [K]	[1600 ; 1900 ; 2200 ; 2400 ; 2700]	
Transmission τ [-]	$\tau_{\lambda} = 0,9 \pm 0,02$	$\tau_{\lambda_{12}} = 1,00 \pm 0,01$
Emissivité ϵ [-]	$\epsilon_{\lambda} = 0,30 \pm 0,05 ;$ $\epsilon_{\lambda} = 0,60 \pm 0,04 ;$ $\epsilon_{\lambda} = 0,90 \pm 0,02.$	$\epsilon_{\lambda_{12}} = 1,00 \pm 0,02 ;$ $\epsilon_{\lambda_{12}} = 1,00 \pm 0,05.$
$u_{\text{constructeur}}$ [%]	1%	1%

Tableau 3.1 : Données d'entrée pour les calculs d'incertitudes en pyrométrie monochromatique et bichromatique.

Pour la pyrométrie monochromatique, les résultats d'incertitudes sont présentés dans le tableau 3.2 pour toutes les températures considérées et pour tous les cas d'émissivités. L'incertitude totale, indiquée dans les tableaux suivants, représente la somme quadratique de toutes les sources d'incertitudes mentionnées auparavant.

$\epsilon_\lambda = 0,3$	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Constructeur	21	26	32	36	42
Émissivité	8,9	13	17	20	25
Transmission	4,7	6,9	9,7	12	16
Totale	23	30	37	43	51
$\epsilon_\lambda = 0,6$	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Constructeur	18	22	26	29	34
Émissivité	7,1	10	13	16	20
Transmission	4,1	5,9	8,1	9,7	13
Totale	20	25	31	35	41
$\epsilon_\lambda = 0,9$	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Constructeur	17	20	23	26	29
Émissivité	3,6	5,0	6,7	8,0	10
Transmission	3,7	5,3	7,2	8,6	11
Totale	18	21	25	28	33

Tableau 3.2 : Budget d'incertitudes (K) en pyrométrie monochromatique.

Les résultats des incertitudes en pyrométrie monochromatique sont représentés dans la figure 3.9 pour le cas de l'émissivité égale à 0,3. L'incertitude lié à l'émissivité est la plus élevée pour ce cas considéré.

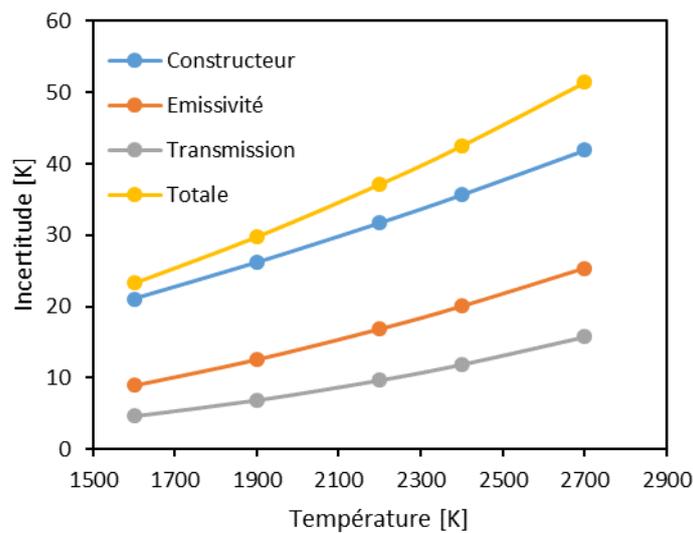


Figure 3.9 : Bilan d'incertitudes en pyrométrie monochromatique pour une émissivité de 0,3.

On peut noter que l'incertitude donnée par le constructeur et lié à la mesure du signal constitue le terme prépondérant dans l'évaluation de l'incertitude totale sur la température en pyrométrie monochromatique. L'incertitude totale déterminée en pyrométrie monochromatique est de l'ordre de 1 à 2%. Cependant, cela suppose que l'émissivité du matériau est suffisamment connue (en pratique à environ $\pm 5\%$) pour effectuer une correction de la température de luminance. Dans le cas où l'émissivité du matériau considérée n'est absolument pas connue, alors les erreurs résultant de cette méconnaissance peuvent être considérables, en particulier si l'émissivité est faible.

Pour la pyrométrie bichromatique, les résultats d'incertitudes sont présentés dans le tableau 3.3 pour toutes les températures considérées et pour tous les cas d'émissivités.

$\epsilon_{12} = 1 \pm 0,02$	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Constructeur	16	19	22	24	27
Rapport d'émissivité	35	50	67	80	$1,0 \cdot 10^2$
Transmission	18	25	34	40	51
Totale	43	59	78	92	$1,2 \cdot 10^2$
$\epsilon_{12} = 1 \pm 0,05$	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Constructeur	16	19	22	24	27
Rapport d'émissivité	89	$1,3 \cdot 10^2$	$1,7 \cdot 10^2$	$2,0 \cdot 10^2$	$2,5 \cdot 10^2$
Transmission	18	25	34	40	51
Totale	92	$1,3 \cdot 10^2$	$1,7 \cdot 10^2$	$2,1 \cdot 10^2$	$2,6 \cdot 10^2$

Tableau 3.3 : Budget d'incertitudes (K) en pyrométrie bichromatique.

Les résultats des incertitudes en pyrométrie bichromatique sont représentés dans la figure 3.10 pour un rapport d'émissivité égal à $\epsilon_{12} = 1,00 \pm 0,02$. Ce cas est représentatif de nombreux matériaux (généralement des isolants électriques [29, 30]) dont l'émissivité ne varie pas significativement avec la température.

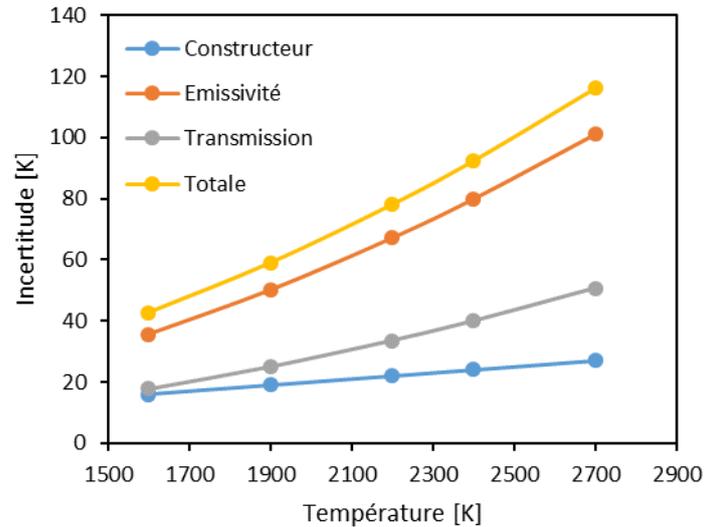


Figure 3.10 : Bilan d'incertitudes en pyrométrie bichromatique pour un rapport d'émissivité de $\epsilon_{12} = 1 \pm 0,02$.

On peut noter qu'en pyrométrie bichromatique l'incertitude prépondérante est liée au terme d'émissivité. Pour des matériaux où la dépendance de l'émissivité à la température est forte, comme pour le tungstène, alors l'incertitude totale sur la température devient quasiment exclusivement dépendante de la méconnaissance de l'émissivité. Cependant, l'avantage du tungstène est que son émissivité a été bien caractérisée [37, 63] permettant de réduire significativement l'incertitude liée à l'émissivité, à condition que la température bichromatique prennent en compte la correction liée à l'émissivité soit directement soit a posteriori. L'incertitude totale sur la température est de l'ordre de 3 à 5%. L'incertitude est plus importante qu'en pyrométrie monochromatique, mais le pyromètre bichromatique a l'avantage d'effectuer des mesures de températures plus précises sur des matériaux dont l'émissivité n'est pas connue et proche pour les deux longueurs d'ondes du pyromètre bichromatique.

Il est donc préférable d'utiliser un pyromètre monochromatique sur un matériau dont l'émissivité est élevée ou connue avec précision. Cependant, un pyromètre bichromatique est plus adapté pour effectuer des mesures sur un matériau dont les émissivités sont presque égales aux deux longueurs d'ondes ou sur un matériau dont l'émissivité n'est pas connue.

5.2 Évaluation des incertitudes en pyrroreflectométrie

La méthode d'évaluation des incertitudes de mesures de hautes températures par pyrroreflectométrie est appliquée ici à des cas théoriques, basés sur des valeurs expérimentales, afin de déterminer les paramètres ayant la contribution la plus grande sur l'incertitude totale. Pour cela cinq points de températures ont été sélectionnés (1600 K, 1900 K, 2200 K, 2400 K, 2700 K) ainsi que trois réflectivités bidirectionnelles ($0,02 sr^{-1}$, $1 sr^{-1}$, $6 sr^{-1}$). Les cinq températures permettent de balayer l'intégralité de la gamme d'étalonnage du pyrroreflectomètre. Les trois réflectivités ont été choisies pour correspondre à des matériaux de réflectivités faible, intermédiaire et élevée. Tous les termes représentés dans les équations de la section 4 sont déterminés un par un à partir de l'équation générale (3.37). Les expressions exactes de tous ces termes sont détaillées dans l'annexe D.3. Cela revient à calculer :

- les deux termes pour l'étalonnage en température correspondant aux températures T_i et aux signaux S_i (voir équation (3.20)),
- les quatre termes supplémentaires pour calculer l'incertitude sur la température de luminance, soit les termes d'interpolation, de signal, d'émissivité de cavité, de transmission donnés dans les équations (3.22-3.25),
- les huit termes liés aux signaux de l'étalonnage en réflectivités et de la mesure de la réflectivité donnés dans les équations (3.28), (3.30), (3.32) et (3.34),
- le terme lié à la réflectivité étalon donné dans l'équation (3.28),
- le terme lié à la détermination de la longueur d'onde donné dans l'équation (3.35),
- le terme lié à la détermination du facteur de diffusion donné dans l'équation (3.36).

Les données d'entrée nécessaires aux calculs d'incertitudes pour les deux longueurs d'onde sont résumées dans le tableau 3.4. L'incertitude sur l'émissivité de la cavité est prise égale à $u_{\text{émissivité}} = \pm 0,02$ en tenant compte de l'hétérogénéité du four VITI utilisé pour les mesures (voir chapitre 5). D'après le LNE-CNAM [34], l'émissivité de telle cavité est de 0,996 dans le cas d'un four homogène en température. Une hétérogénéité contribue à modifier significativement l'émissivité apparente de la cavité (voir paragraphe 3.3 du chapitre 1), d'où une incertitude prise égale à 0,02.

Longueur d'onde λ [μm]	1,3	1,53
Coefficient k_1 [V]	135,7	138,8
Coefficient k_2 [μm]	1,31	1,50
Coefficient k_3 [$\mu\text{m} \cdot \text{K}$]	-9,16	22,5
Coefficient K_{ech} [-]	7,71	3,24
Signal de la photodiode S^{PD} [V]	0,2	0,4
Température T^* [K]	[1600 ; 1900 ; 2200 ; 2400 ; 2700]	
Réflectivité bidirectionnelle ρ [sr^{-1}]	[0,015 ; 0,9 ; 5,7]	[0,02 ; 1 ; 6]
Emissivité de la cavité ϵ [-]	$0,99 \pm 0,02$	$0,99 \pm 0,02$
Réflectivité étalon ρ_{et} [sr^{-1}]	$0,319 \pm 0,004$	$0,325 \pm 0,004$

Tableau 3.4 : Données d'entrée pour les calculs d'incertitudes aux deux longueurs d'ondes.

Les calculs d'incertitudes sont effectués ici à partir de l'étalonnage sur les cellules eutectiques déjà optimisé du point de vue du terme d'étalonnage en température. L'analyse de l'optimisation de ce terme d'étalonnage en température est faite dans le paragraphe 2.2.2 du chapitre 5.

Le cas de faible réflectivité est étudié ici, tandis que les deux autres cas sont présentés dans l'annexe D.4. Les résultats sont présentés, pour toutes les températures sélectionnées, sous la forme de tableaux.

La longueur d'onde de 1,55 μm a été choisie pour les résultats du budget d'incertitudes, donnés dans le tableau 3.5, puisque les incertitudes associées sont plus élevées qu'à la longueur d'onde de 1,3 μm . Les signaux mesurés et liés au rayonnement sont en effet plus faible à 1,55 μm , ce qui diminue le rapport signal sur bruit.

L'incertitude sur la transmission est fixée à zéro puisque le hublot est présent à la fois lors de l'étalonnage et lors des mesures ultérieures.

	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Etalonnage, Ti	1,34	0,80	0,84	0,78	0,83
Etalonnage, Si	1,17	0,63	0,50	0,48	0,71
Interpolation	0,21	0,35	0,07	0,03	1,09
Signal	2,86	4,01	5,34	6,32	7,92
Emissivité	5,49	7,69	10,23	12,11	15,17
Transmission	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
S_{mesure}^R	4,11	5,79	7,77	9,25	11,71
S_{mesure}^{PD}	0,75	1,05	1,41	1,68	2,13
S_{ech}^R	1,46	2,06	2,76	3,28	4,16
S_{ech}^{PD}	0,68	0,95	1,28	1,52	1,93
S_{ech-et}^R	0,77	1,09	1,46	1,74	2,20
S_{ech-et}^{PD}	0,68	0,95	1,28	1,52	1,93
S_{et}^R	0,91	1,28	1,72	2,04	2,59
S_{et}^{PD}	0,75	1,06	1,42	1,69	2,13
ρ_{et}	0,65	0,91	1,22	1,45	1,84
Longueur d'onde	1,58	2,22	2,98	3,55	4,49
Facteur de diffusion	0,03	0,05	0,06	0,07	0,09
Totale	9	12	16	19	23

Tableau 3.5 : Budget d'incertitude (K) pour une réflectivité de $0,02 \text{ sr}^{-1}$ et à la longueur d'onde de $1,55 \mu\text{m}$.

Les résultats des incertitudes, calculées à 2700 K pour la réflectivité faible de $0,02 \text{ sr}^{-1}$ et listées dans le tableau 3.5, sont représentés dans l'histogramme de la figure 3.11. On peut noter que les termes d'incertitudes prépondérants sont les incertitudes sur l'émissivité de la cavité $u_{\text{émissivité}}$, sur le signal réfléchi S^R et sur la mesure du signal u_{signal} .

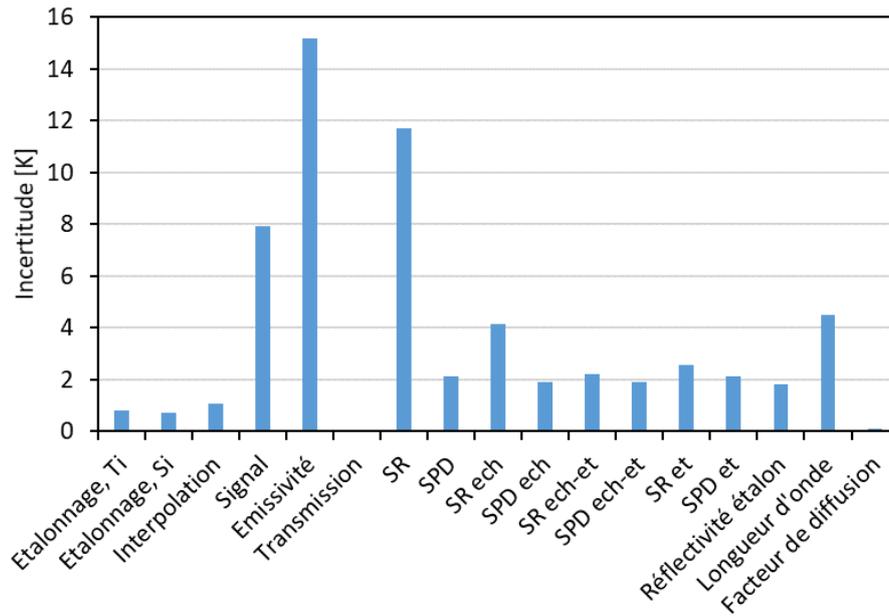


Figure 3.11 : Bilan d'incertitudes pour la réflectivité de $0,02 \text{ sr}^{-1}$ et pour la température de 2700 K.

Les résultats des incertitudes sont ensuite comparés selon les valeurs de réflectivités. Comme précédemment, chaque terme du bilan d'incertitude est représenté dans l'histogramme de la figure 3.12 pour les trois cas de réflectivités considérés et pour la température de 2700 K.

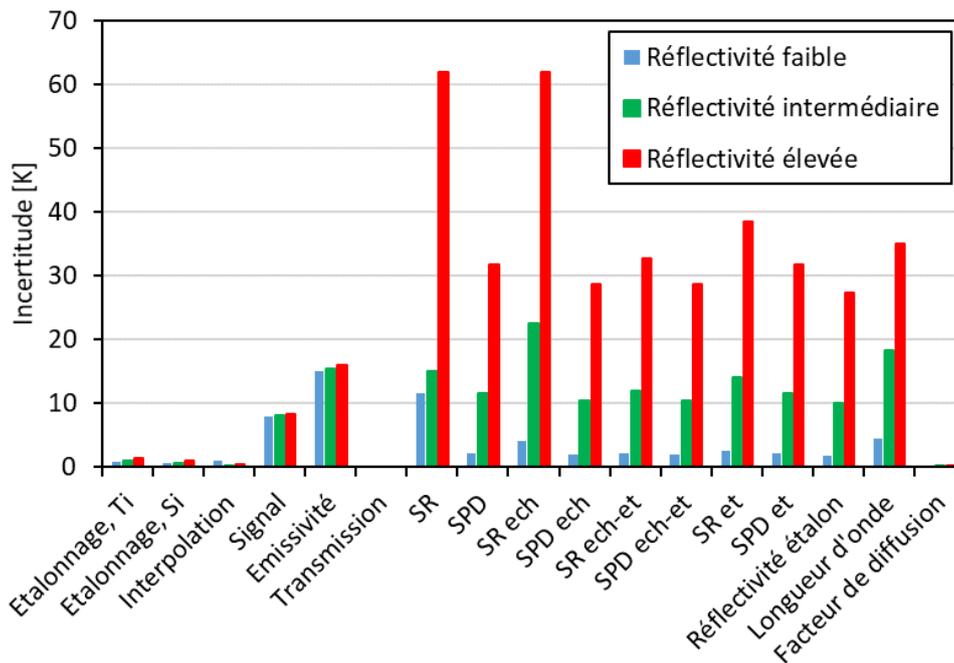


Figure 3.12 : Bilan d'incertitudes pour trois cas de réflectivités et pour la température de 2700 K.

Le bilan d'incertitudes réalisé sur ces cas théoriques permet de mettre en évidence que plus la réflectivité est élevée, plus les termes prépondérants dans ce bilan sont liés à la réflectivité (voir figure 3.12). On constate en effet que, pour le cas d'une réflectivité élevée, les termes liés à la détermination de la température de luminance sont inférieurs, voir significativement inférieurs aux termes liés à la détermination de la réflectivité. Ceci est principalement dû au fait que l'incertitude sur la mesure des

signaux associés à la réflectivité est élevée lorsque la réflectivité est élevée. Expérimentalement, il a en effet été noté que dans le cas d'une réflectivité élevée, les signaux de réflectivité varient davantage que pour un cas de réflectivité faible.

Dans la figure 3.13, l'incertitude totale, ainsi que les trois termes prépondérants du bilan d'incertitude, sont représentés en fonction de la température pour les trois cas de réflectivité et la température de 2700 K. L'incertitude totale augmente avec la température en raison de l'augmentation de l'incertitude sur la mesure du signal d'émission thermique et donc l'augmentation de l'incertitude sur la température de luminance. L'inflexion à 2200 K sur l'incertitude totale pour les cas de réflectivité faible et intermédiaire s'explique par la dépendance à la température des termes d'étalonnage en température et en tension ainsi que du terme d'interpolation. Les termes d'étalonnage présentent en effet un maximum à 2200 K puis un minimum à 2400 K résultant de la dépendance à la température des coefficients de sensibilité $\partial S(T)/\partial T_i$ et $\partial S(T)/\partial S_i$. Dans le même temps, le terme d'interpolation décroît significativement et devient presque égal à zéro à 2400 K.

Le terme dû à l'émissivité de la cavité des cellules eutectiques varie très peu selon le cas de réflectivité choisi. Son impact sur l'incertitude totale est donc négligeable dans le cas de réflectivité élevée.

La figure 3.13 conduit à la même conclusion que pour la figure 3.12, où les termes liés à la réflectivité deviennent largement prépondérant pour le cas de réflectivité élevée.

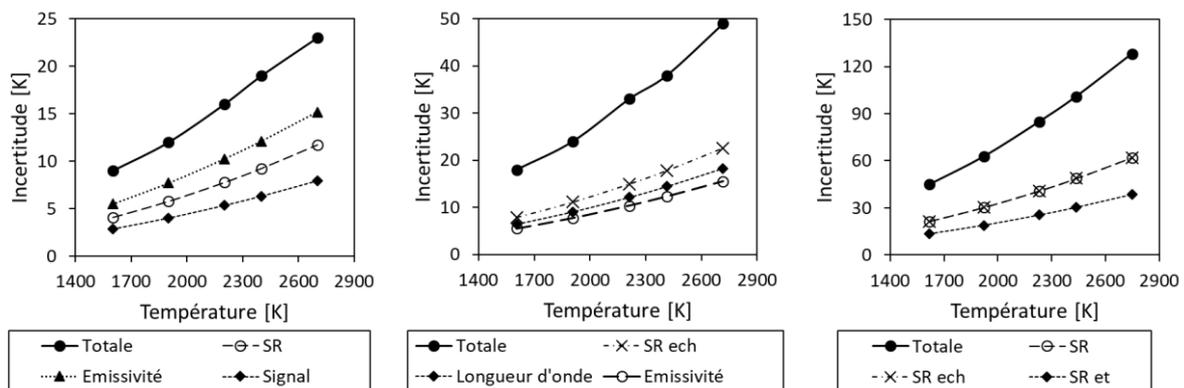


Figure 3.13 : Incertitude totale et les trois termes prépondérants du bilan d'incertitude pour les cas de la réflectivité faible (à gauche), de la réflectivité intermédiaire (au centre) et de la réflectivité élevée (à droite).

5.3 Comparaison des incertitudes

Dans cette partie, les incertitudes associées aux mesures de température par pyroréflexométrie déterminées par l'équation (3.37) sont comparées avec les incertitudes en pyrométrie bichromatique déterminées par l'équation (3.19). Les trois cas de réflectivités définis au paragraphe 5.2 sont considérés pour le calcul des incertitudes en pyroréflexométrie. Deux cas sont considérés pour la pyrométrie bichromatique en fonction de l'incertitude sur le rapport d'émissivités aux deux longueurs d'onde du pyromètre, défini au paragraphe 5.1. La comparaison de l'incertitude totale sur la température entre le pyroréflexomètre et le pyromètre bichromatique est donnée dans la figure 3.14. On constate que l'incertitude en pyroréflexométrie est systématiquement inférieure à l'incertitude en pyrométrie bichromatique, sauf pour le cas de réflectivité élevée où l'incertitude est similaire à celle en pyrométrie bichromatique pour une incertitude de 2% sur le rapport d'émissivités.

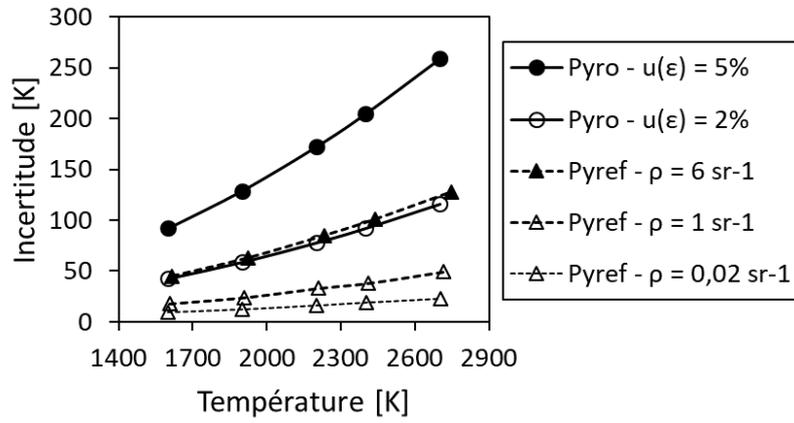


Figure 3.14 : Comparaison des incertitudes sur la température mesurée par pyrорéfectométrie et par pyrométrie bichromatique.

Lorsque les mesures par pyrорéfectométrie sont réalisables, il est donc préférable d'effectuer les mesures de très hautes températures par pyrорéfectométrie plutôt que par pyrométrie bichromatique.

Conclusion

L'évaluation des incertitudes de mesures de très hautes températures est réalisée à partir de l'évaluation de toutes les sources d'incertitudes. Pour chacune de ces sources, une incertitude-type est identifiée et peut être définie comme une incertitude de type A, déterminée à partir d'une analyse statistique de séries d'observations, soit d'un écart-type expérimental, ou de type B, déterminée à partir de spécifications, données d'étalonnage ou de l'expérience de l'utilisateur. Les mesures de très hautes températures sont basées à partir de l'évaluation de plusieurs paramètres. L'évaluation de l'incertitude totale sur la température est donc une incertitude composée de plusieurs incertitudes-types. L'incertitude totale est calculée à partir de la somme quadratique de chacune des sources d'incertitudes pondérées par un coefficient de sensibilité, à laquelle on ajoute éventuellement, comme par exemple pour l'étalonnage en température, des termes de corrélations.

En pyrométrie optique, l'étalonnage de la température est réalisé à partir d'une équation non-linéaire, par exemple l'équation de Sakuma-Hattori. Pour évaluer l'incertitude due à l'étalonnage de la température, une méthode développée par Saunders a été appliquée à la pyrorélectométrie. Etant donné que l'équation de Sakuma-Hattori compte trois coefficients, une méthode d'interpolation peut être appliquée si l'étalonnage est effectué sur trois points d'étalonnage. La méthode des moindres carrés peut être utilisée à partir de trois points d'étalonnage. Les coefficients de sensibilité sont déterminés en considérant une corrélation entre tous les points d'étalonnage, à la fois sur le signal mesuré et sur la température du point de référence d'étalonnage.

Dans un premier temps, la méthode d'évaluation des incertitudes a été réalisée en pyrométrie monochromatique et bichromatique. Pour cela, trois termes d'incertitudes ont été considérés, à savoir une incertitude de l'appareil de mesure donnée par le constructeur, une incertitude liée à la transmission des hublots et une incertitude liée à la méconnaissance de l'émissivité du matériau considéré.

Dans un second temps, la méthode d'évaluation des incertitudes a été appliquée à la pyrorélectométrie. Tout d'abord quatre sources d'incertitudes ont été identifiées, à savoir l'incertitude sur la détermination de la température de luminance, l'incertitude sur la détermination de la réflectivité, l'incertitude sur le facteur de diffusion et sur la longueur d'onde. Les incertitudes sur la température de luminance et sur la réflectivité dépendent elles-mêmes de plusieurs paramètres. Concernant la température, il faut prendre en compte une incertitude sur l'étalonnage (termes de températures et de signaux corrélés), sur l'interpolation liée au comportement réel du détecteur, sur la mesure du signal, sur l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage et sur la transmission d'éventuels hublots. Concernant la réflectivité, il est nécessaire de prendre en compte l'incertitude sur tous les signaux des trois étapes de l'étalonnages, soit six signaux (signal émis par la photodiode et réfléchi), ainsi que les deux signaux associés à la mesure de la réflectivité et l'incertitude sur la réflectivité de l'étalon de réflectivité fournie par un certificat d'étalonnage.

L'évaluation des incertitudes en pyrométrie montrent que la pyrométrie monochromatique est adaptée pour des matériaux dont l'émissivité est élevée ou connue avec précision, conduisant à des incertitudes de l'ordre de 1 à 2%. Tandis que la pyrométrie bichromatique est adaptée pour des matériaux dont l'émissivité est inconnue ou identique aux deux longueurs d'ondes, conduisant à des incertitudes de l'ordre de 3 à 5%. Il a été noté qu'en pyrométrie bichromatique le terme prépondérant est lié au rapport des émissivités, alors qu'en pyrométrie monochromatique c'est celui donné par le constructeur. Pour réduire les incertitudes de mesures de très hautes températures sur des matériaux dont l'émissivité n'est pas connue, et peut évoluer au cours du temps, la méthode de la pyrorélectométrie conduit à des incertitudes plus faibles. L'évaluation des incertitudes en pyrorélectométrie est réalisée sur des cas théoriques, basés sur des valeurs expérimentales, et à partir

d'un étalonnage en température optimisé sur des cellules eutectiques de qualité métrologiques. Pour un cas de faible réflectivité, l'incertitude due à la détermination de la température de luminance est prépondérante, au travers de l'incertitude sur l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage et de la mesure du signal. Cependant, dès que la réflectivité est plus élevée, alors les incertitudes dues aux termes de réflectivités augmentent significativement jusqu'à devenir les seuls termes significatifs pour l'évaluation de l'incertitude totale. Ceci s'explique expérimentalement par les signaux associés à la réflectivité qui varient davantage pour une réflectivité élevée. Les coefficients de sensibilités de l'étalonnage en température ont aussi un rôle significatif sur l'incertitude en raison de leur dépendance à la température qui présente un maximum vers 2200 K. La comparaison de l'incertitude totale sur la mesure de très hautes températures par pyroréfectométrie et par pyrométrie bichromatique montre qu'il est préférable d'utiliser, lorsque les mesures sont possibles, la méthode de la pyroréfectométrie. L'incertitude totale en pyroréfectométrie est en effet systématiquement inférieure à l'incertitude totale en pyrométrie bichromatique quel que soit le cas de réflectivité considéré.

Chapitre 4

Modélisation thermique

Sommaire

Introduction	85
1 Modélisation semi-analytique en OD	86
1.1 Modèle électromagnétique	86
1.1.1 Géométrie du système	86
1.1.2 Hypothèse de la nappe de courant	87
1.1.3 Équation générale	87
1.2 Modèle thermique	88
1.2.1 Conditions aux limites et géométrie	88
1.2.2 Hypothèse d'un modèle à paramètres concentrés	91
1.2.3 Équation générale du modèle	91
1.2.4 Propriétés thermophysiques du tungstène	93
2 Résultats de la modélisation semi-analytique OD	93
2.1 Grille de calcul	94
2.2 Etude de sensibilité	95
2.2.1 Etude de sensibilité sur les grandeurs physiques	95
2.2.2 Etude de sensibilité sur les paramètres géométriques	97
2.3 Corrélation température – courant inducteur	98
3 Modèle adimensionnel	100
3.1 Description du modèle	100
3.1.1 Définition des grandeurs adimensionnelles	100
3.1.2 Équation générale	101
3.2 Résultats du modèle adimensionnel	101
4 Modélisation numérique Comsol en 2D	103
4.1 Description du modèle	103
4.1.1 Modèle électromagnétique	103
4.1.2 Modèle thermique	103

4.2	Présentation et résolution de la modélisation.....	104
4.3	Comparaison avec le modèle 0D.....	106
4.4	Résultats du modèle 2D	108
4.5	Modification de la géométrie.....	112
	Conclusion.....	118

Introduction

Dans le cadre de la mesure des très hautes températures par pyrorélectométrie sur l'installation VITI, la modélisation d'une configuration expérimentale simplifiée a été réalisée afin de proposer une reconstruction du champ de température présent dans le système et d'identifier les paramètres physiques et géométriques agissant sur la thermique du système. Ce chapitre a pour but de décrire le modèle implémenté pour la modélisation du chauffage par induction ainsi que les échanges thermiques. Différents paramètres sont pris en compte dans le modèle, comme les propriétés thermophysiques du matériau considéré, des paramètres géométriques et des paramètres électromagnétiques. Ces paramètres sont regroupés sous la forme de paramètres adimensionnels, afin d'établir un modèle adimensionnel en plus du modèle dimensionnel. Dans un premier temps, un modèle 0D a été mis en place et une étude de sensibilité est réalisée sur chacun des paramètres du modèle. Le but est de donner une estimation de la température globale du système et d'identifier les paramètres ayant un rôle prépondérant sur la thermique. Dans un second temps, l'adimensionnement du modèle 0D est proposé ainsi que l'implémentation d'un module de changement de phase pour se rapprocher des conditions expérimentales de fusion d'un matériau. Enfin, dans un dernier temps, le modèle 2D axisymétrique est développé, permettant de visualiser le champ de température au sein de la configuration modélisée, qui s'approche de la configuration expérimentale.

1 Modélisation semi-analytique en OD

La modélisation thermique des configurations expérimentales est réalisée en prenant en compte le moyen de chauffage, ainsi que les pertes thermiques. Pour cela, il est nécessaire de disposer de certaines propriétés impliquées dans les nombres adimensionnels présents dans le modèle thermique.

1.1 Modèle électromagnétique

Le modèle électromagnétique présenté dans cette section est tiré principalement des articles [64, 65], adapté pour une hauteur de charge h_{charge} inférieure ou égale à la hauteur de l'inducteur h_{ind} . Ce modèle décrit le chauffage d'une charge cylindrique par induction dans le but de modéliser le système inducteur – charge expérimental utilisé pour l'obtention des résultats présentés dans le chapitre 5. L'objectif de ce modèle est de déterminer la puissance Joule apportée par induction dans la charge en fonction du courant circulant dans l'inducteur. Dans ce paragraphe, les grandeurs notées en gras sont des vecteurs et les grandeurs notées avec une barre en-dessous sont des grandeurs complexes.

1.1.1 Géométrie du système

La géométrie retenue pour le modèle est décrite dans la figure 4.1 pour un inducteur, de rayon r_{ind} , à quatre spires et pour une charge cylindrique, de rayon r_e , présentant un espace, de rayon r_i , au centre afin de placer un thermocouple et d'effectuer des mesures de températures au cœur de la charge. Cette configuration est représentative de l'inducteur du four VITI ainsi que des charges utilisées pour effectuer les premières mesures de température par pyroréfectométrie sur l'installation VITI, à savoir des cibles en tungstène.

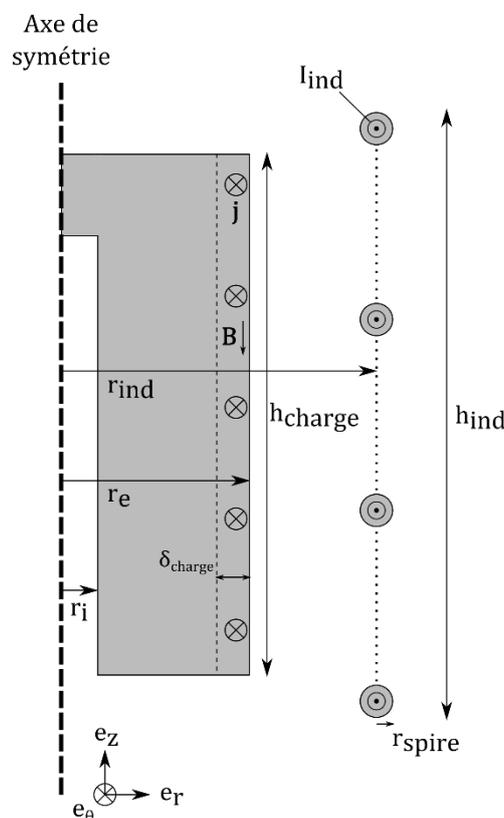


Figure 4.1 : Géométrie du système inducteur – charge.

Le matériau retenu pour la charge modélisée est du tungstène pour plusieurs raisons. Il s'agit tout d'abord d'un matériau électro-conducteur ayant une température de fusion très élevée (3400 °C environ) permettant de valider le modèle pour une charge solide sur une large gamme de température (1000 – 3000 °C). Le choix du tungstène a aussi été réalisé en raison de sa large utilisation sur la plateforme PLINIUS pour des creusets et des suscepteurs [1, 3].

Le champ électromagnétique généré par l'inducteur est orienté verticalement. Il génère des courants de Foucault dans la charge, orientés selon l'axe orthoradial e_θ . Ces courants créent un champ magnétique induit s'opposant au champ magnétique généré par l'inducteur. Le champ magnétique total décroît donc à l'intérieur de la charge. Une épaisseur de peau électromagnétique δ est définie de telle sorte que :

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{\mu\omega\sigma}}, \quad (4.1)$$

avec $\omega = 2\pi f$ la pulsation, f la fréquence de l'inducteur en Hz, μ la perméabilité magnétique et σ la conductivité électrique de la charge en S/m. Ici, nous nous intéressons uniquement à des charges non-magnétiques. En outre, l'absence d'aimantation fait que le champ magnétique et le flux magnétique peuvent être confondus, donc $\mu = \mu_0$ où μ_0 est la perméabilité magnétique du vide.

Deux cas sont distingués suivant l'épaisseur géométrique $r_e - r_i$ de la charge :

- si $\delta \ll r_e - r_i$, alors on parle de couplage « faible peau » entre la charge et l'inducteur,
- si $\delta \gg r_e - r_i$, alors on parle de couplage « grande peau » entre la charge et l'inducteur.

En considérant un échantillon de tungstène à plus de 2000 K, de conductivité électrique égale à $\sigma_{charge} = 10^6$ S/m, et chauffé par induction à une fréquence de 110 kHz environ, l'épaisseur de peau électromagnétique est de l'ordre de 1,5 mm. Considérant les géométries utilisées expérimentalement (voir tableau 4.1), on se situe systématiquement dans une configuration de type « faible peau », où le chauffage de l'échantillon est effectué uniquement dans la partie externe.

1.1.2 Hypothèse de la nappe de courant

L'inducteur est modélisé par une nappe de courant parcourue par un courant I_{ind} à la fréquence f . Pour appliquer l'hypothèse d'une nappe de courant à l'inducteur [64], il faut redéfinir sa position radiale selon l'équation suivante, prenant en compte l'influence de l'épaisseur de peau au sein de l'inducteur.

$$r_{cs,ind} = r_{ind} + \left[\frac{1}{2} - \frac{1}{\pi} \arctan \left(C \frac{r_{ind}}{r_{spire}} (\delta_{spire} - 2r_{spire}) \right) \right] \left(\frac{\delta_{spire}}{2} - r_{spire} \right), \quad (4.2)$$

avec r_{spire} le rayon des spires, δ_{spire} l'épaisseur de peau des spires et $C = 10^{10}$ une constante fixée pour lisser la continuité entre les deux régimes asymptotiques, et ainsi permettre à $r_{cs,ind}$ de passer de r_{ind} à $r_{ind} - r_{spire} + \delta_{spire}/2$.

1.1.3 Équation générale

Les grandeurs d'intérêts à la base du calcul sont le courant circulant dans l'inducteur I_{ind} , le champ magnétique \underline{B} , et la densité de courant \underline{j} , dont les expressions sont ici :

$$\underline{\mathbf{I}}_{ind} = \underline{I}_{ind} e^{i\omega t} \mathbf{e}_\theta, \quad \underline{\mathbf{B}} = \underline{B}_z(r) e^{i\omega t} \mathbf{e}_z, \quad \underline{\mathbf{j}} = \underline{j}_\theta(r) e^{i\omega t} \mathbf{e}_\theta. \quad (4.3)$$

La puissance Joule dissipée dans la charge par induction peut s'écrire de deux façons différentes $\underline{P}_{J,1}$ ou $\underline{P}_{J,2}$, dont les expressions sont données dans les équations (4.4) et (4.5). Le détail de l'obtention de ces équations est donné dans l'annexe E.1.

$$\underline{P}_{J,1} = -\frac{i\omega\mu_0\pi n^2 r_e^2}{h_{ind} K_{nag,ind}^2} \frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e}\right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e} - \frac{2}{\underline{\rho}_e} J_1(\underline{\rho}_e)} \frac{h_{charge}}{h_{ind}} |\underline{I}_{ind}|^2, \quad (4.4)$$

avec :

- $\underline{\rho}_e = \underline{\rho}(r_e)$ et $\underline{\rho}_i = \underline{\rho}(r_i)$, où $\underline{\rho}(r) = \sqrt{-i\omega\mu_0\sigma_{charge}} r = -i^{\frac{3}{2}} \frac{\sqrt{2}}{\delta_{charge}} r$,
- J_n la fonction de Bessel de première espèce et d'ordre n ,
- $K_{nag,r_e} = 1 + 0,4502 \frac{2r_e}{h_{charge}}$, le coefficient de Nagaoka calculé sur le rayon externe de la charge,
- $K_{nag,ind} = 1 + 0,4502 \frac{2r_{cs,ind}}{h_{ind}}$, le coefficient de Nagaoka calculé pour l'inducteur,
- n , le nombre de spires de l'inducteur.

$$\underline{P}_{J,2} = \iiint_V \frac{\underline{j}_\theta \underline{j}_\theta^*}{2\sigma_{charge}} dV = \frac{\pi h_{charge}}{\sigma_{charge}} \int_{r_e}^{r_i} r \underline{j}_\theta \underline{j}_\theta^* dr \quad (4.5)$$

avec \underline{j}_θ^* la grandeur complexe conjuguée de la densité de courant \underline{j}_θ et V le volume de la charge.

La puissance Joule déterminée ci-dessus joue le rôle de terme source dans le modèle thermique développé dans le paragraphe suivant.

1.2 Modèle thermique

Le modèle thermique présenté dans cette section a pour but de modéliser les transferts thermiques qui agissent sur la configuration expérimentale décrite dans le chapitre 5. Ceci permet de déterminer la température de la charge dont les dimensions sont choisies, à partir de propriétés thermophysiques sélectionnées et de conditions aux limites déterminées.

1.2.1 Conditions aux limites et géométrie

La charge cylindrique considérée est chauffée par induction grâce aux courants de Foucault générés dans l'épaisseur de peau électromagnétique. La charge subit des pertes thermiques par convection et par rayonnement. Ce modèle simplifié ne prend en compte dans un premier temps qu'une charge cylindrique, voir figure 4.2, sans considérer le support sur lequel elle est posée. Comme montré figure 4.1, un espace pour un thermocouple est prévu au centre. Les pertes par rayonnement sont appliquées sur la surface latérale ainsi que la surface supérieure, tandis que les pertes par convection sont appliquées uniquement sur la surface latérale (voir figure 4.2).

Les pertes par rayonnement $Q_{rayonnement}$ sont caractérisées par l'émissivité de la surface ϵ sur une surface $S_{rayonnement}$, telles que :

$$Q_{\text{rayonnement}} = \epsilon \sigma_B S_{\text{rayonnement}} (T^4 - T_{\infty}^4), \quad (4.6)$$

avec $S_{\text{rayonnement}} = 2\pi r_e h_{\text{charge}} \left(1 + \frac{r_e}{2 h_{\text{charge}}}\right)$, $\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K}^4)$ la constante de Stefan-Boltzmann, T la température de la charge et T_{∞} la température des surfaces vers lesquelles la charge rayonne.

On peut définir un coefficient d'échange par rayonnement h_{ray} , par décomposition de l'équation (4.6), tel que :

$$Q_{\text{rayonnement}} = h_{\text{ray}} S_{\text{rayonnement}} (T - T_{\infty}), \quad (4.7)$$

où $h_{\text{ray}} = \epsilon \sigma_B (T^2 + T_{\infty}^2)(T + T_{\infty})$.

Les pertes par convection $Q_{\text{convection}}$ sont définies par le coefficient de convection h_{conv} sur une surface $S_{\text{convection}}$, telles que :

$$Q_{\text{convection}} = h_{\text{conv}} S_{\text{convection}} (T - T_{\infty}), \quad (4.8)$$

avec $S_{\text{convection}} = 2\pi r_e h_{\text{charge}}$.

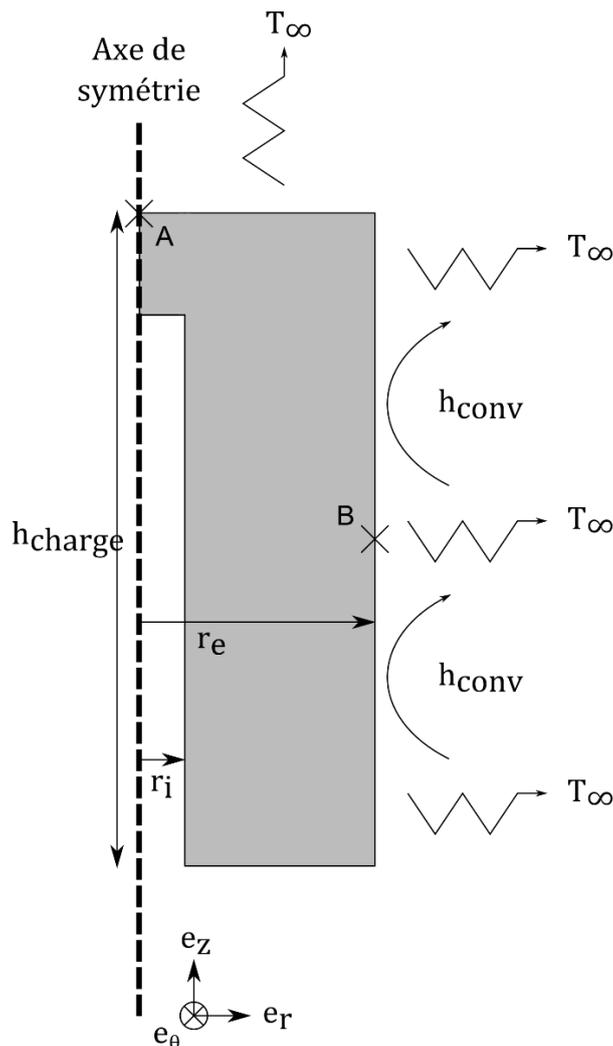


Figure 4.2 : Géométrie et conditions aux limites thermiques.

On considère ici un régime de convection naturelle. Le coefficient de convection h_{conv} est calculé à partir du nombre de Nusselt Nu , qui compare la convection par rapport à la conduction.

$$h_{conv} = \frac{Nu k_{gaz}}{h_{charge}}, \quad (4.9)$$

avec k_{gaz} la conductivité thermique du gaz environnant la charge.

Dans cette modélisation, le gaz pris en compte est de l'argon à $T_{gaz} = 1500 K$ dont la conductivité thermique est $k_{gaz} = 0,06 W/(m.K)$ [66]. Le choix de la température de 1500 K pour l'argon a été effectué pour approcher la température de l'argon lorsque la température de la charge est comprise entre 1500 et 2000 K. Considérant une des géométries utilisées expérimentalement (voir tableau 4.1) avec une hauteur de 40mm et un rayon externe de 20mm, le coefficient h_{conv} calculé est égale à $14 W.(m^2.K)^{-1}$.

L'évaluation du nombre de Nusselt Nu passe d'abord par l'évaluation du nombre de Grashof Gr , qui correspond au rapport des forces de flottabilité sur les forces visqueuses, ainsi que le nombre de Prandtl Pr , qui caractérise la diffusivité de la quantité de mouvement par rapport à la diffusion d'une variation de consigne thermique (diffusivité thermique) :

$$Gr = \frac{g\beta\rho_{gaz}(T_{gaz} - T_{\infty})h_{charge}^3}{\mu_{gaz}}, \quad (4.10)$$

$$Pr = \frac{\mu_{gaz}C_{p,gaz}}{k_{gaz}}, \quad (4.11)$$

avec g l'accélération de la gravité, $\beta = 1/T_{gaz}$ la dilatation thermique du gaz, ρ_{gaz} la densité du gaz (égale à $0,5 kg/m^3$ pour de l'argon à 1500K), μ_{gaz} la viscosité dynamique du gaz (égale à $7,2 \cdot 10^{-5} Pa.s$ pour de l'argon à 1500 K [67, 68]) et $C_{p,gaz}$ la capacité thermique du gaz (égale à $500 J/(kg.K)$ pour de l'argon [69]).

En première approximation le nombre de Nusselt Nu_{FP} est calculé à partir de la corrélation en plaque plane verticale de Churchill et Chu [15] :

$$Nu_{FP} = 0,68 + \frac{0,67(Gr Pr)^{0,25}}{\left(1 + \left(\frac{0,492}{Pr}\right)^{9/16}\right)^{4/9}}. \quad (4.12)$$

Cette corrélation est aussi valable pour des cylindres peu élancés, mais doit être corrigée lorsque le rapport d'aspect du cylindre vérifie la condition donnée par Popiel [70]. La correction est applicable si la condition suivante est respectée pour un nombre de Prandtl variant entre 0,01 et 100 :

$$Gr^{0,25} \frac{D}{H} \geq a + \frac{b}{Pr^{0,5}} + \frac{c}{Pr^2}, \quad (4.13)$$

avec D le diamètre du cylindre, H la hauteur du cylindre, $a = 11,474$, $b = 48,92$ et $c = -0,006085$. La corrélation pour le nombre de Nusselt pour une géométrie cylindrique s'écrit pour un écoulement en régime laminaire ($Gr < 4 \cdot 10^9$) et pour un nombre de Rayleigh $Ra = Gr Pr > 10^4$. Le nombre de Rayleigh caractérise le transfert de chaleur par transferts conducto-convectifs.

$$Nu = Nu_{FP} \left(1 + B \left[32^{0,5} Gr^{-0,25} \frac{h_{charge}}{2r_e}\right]^C\right), \quad (4.14)$$

avec :

- $B = 0,0571322 + 0,20305 Pr^{-0,43}$,

- $C = 0,9165 - 0,0043 Pr^{0,5} + 0,01333 \cdot \ln(Pr) + 0,0004809/Pr.$

1.2.2 Hypothèse d'un modèle à paramètres concentrés

La modélisation semi-analytique est basée sur l'hypothèse d'un modèle à paramètres concentrés [71], menant au modèle OD. Cette hypothèse est réaliste compte-tenu du fait que la conductivité thermique de la charge est élevée, dès lorsqu'on considère des métaux comme du tungstène. Cette hypothèse peut se vérifier par le calcul du nombre de Biot Bi , qui compare l'échange thermique (conduction, convection et rayonnement) dans la phase fluide à la surface de la charge au transfert thermique par conduction dans la charge :

$$Bi = \frac{h_{eff} r_e}{k_{charge}}, \quad (4.15)$$

avec r_e , le rayon externe de la charge cylindrique, k_{charge} , la conductivité thermique de la charge et h_{eff} , le coefficient d'échange effectif global en $W/(m^2.K)$ par conduction, convection et rayonnement. Le coefficient h_{eff} est défini comme la somme des coefficients d'échanges par convection et par rayonnement pondérée par les surfaces d'échanges associées pour chaque échange thermique et adimensionnée par rapport à la surface latérale.

L'hypothèse d'un modèle à paramètres concentrés est justifiée à condition que le nombre de Biot soit très inférieure à l'unité pour le matériau considéré.

Le modèle développé dans ce chapitre permet de modéliser la configuration expérimentale présentée au chapitre 5. Les matériaux correspondant à la configuration de la figure 4.2 sont en tungstène. On considère du tungstène à 2000 K, avec une conductivité thermique de 100 $W/(m.K)$, un coefficient d'échange effectif de l'ordre de 200 $W/(m^2.K)$, une émissivité de 0,35, une hauteur de 40 mm et un rayon de 20 mm. Le nombre de Biot ainsi calculé vaut 0,04. Ce nombre de Biot étant très inférieur à l'unité, on peut raisonnablement effectuer l'hypothèse que la température est homogène dans la charge et utiliser un modèle OD à paramètres concentrés. On peut supposer que lors de la phase transitoire, le nombre de Biot pourrait ne pas être suffisamment petit si les rampes de chauffages sont importantes (plusieurs centaines de degrés par minute), ce qui ne permettrait pas d'utiliser le modèle OD pour des calculs transitoires.

1.2.3 Équation générale du modèle

La charge dont la géométrie est donnée dans la figure 4.1 est chauffée par induction. Elle subit des pertes par rayonnement et par conduction-convection indiquées dans la figure 4.2. La température de la charge va donc évoluer jusqu'à atteindre un état d'équilibre. Cette évolution est caractérisée par la capacité thermique C_p du matériau considéré et selon l'équation (4.16),

$$\rho C_p V \frac{dT}{dt} = Q - \epsilon \sigma_B S_{rayonnement} (T^4 - T_\infty^4) - h_{conv} S_{convection} (T - T_\infty), \quad (4.16)$$

avec ρ la masse volumique de la charge, $V \approx \pi(r_e^2 - r_i^2)h_{charge}$ le volume de la charge, Q la puissance Joule apportée par induction définie par les équations (4.4) et (4.5).

La température, solution de l'équation (4.16), est déterminée à l'aide d'un schéma numérique d'Euler explicite en prenant la condition initiale $T(t = 0) = T_\infty$ et pour un pas de temps Δt . Deux schémas de résolution sont distingués pour la détermination de la température.

Le premier schéma est relatif au couplage faible et est représenté dans la figure 4.3. Il considère que l'électromagnétisme permet la détermination du terme source de chaleur, qui est ensuite utilisé pour

déterminer la température du système. Les propriétés thermophysiques sont considérées constantes vis-à-vis de la température.

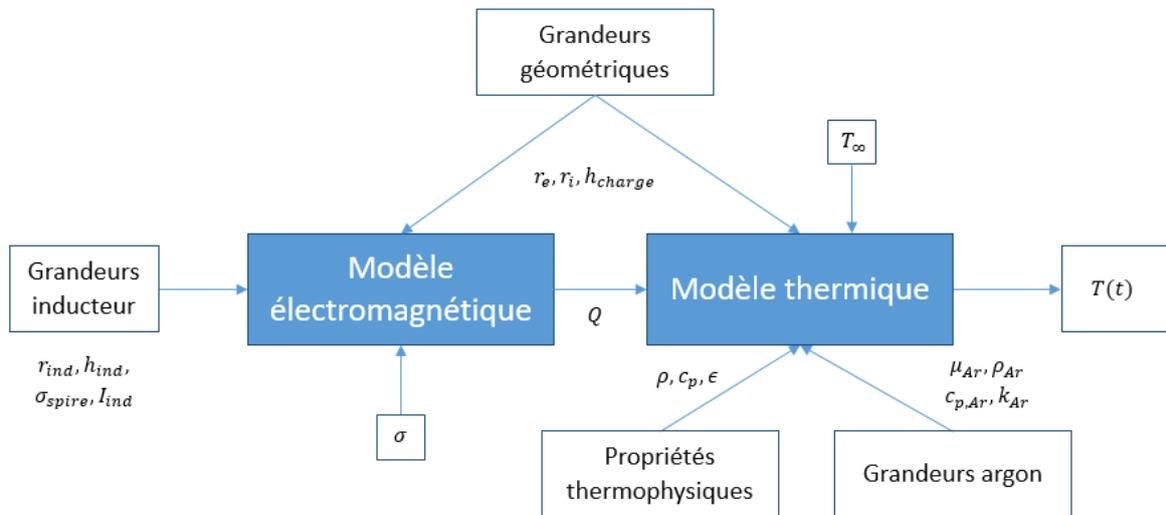


Figure 4.3 : Schéma de résolution du modèle semi-analytique en couplage faible.

Le deuxième schéma est relatif au couplage fort et est représenté dans la figure 4.4. La rétroaction de la thermique sur l'électromagnétisme à travers la dépendance à la température de la conductivité électrique du matériau est cette fois prise en compte. Les propriétés thermophysiques sont considérées dépendantes de la température. Bien que la masse volumique dépend de la température, les dilatations thermiques ne sont pas prises en compte dans la définition des grandeurs géométriques.

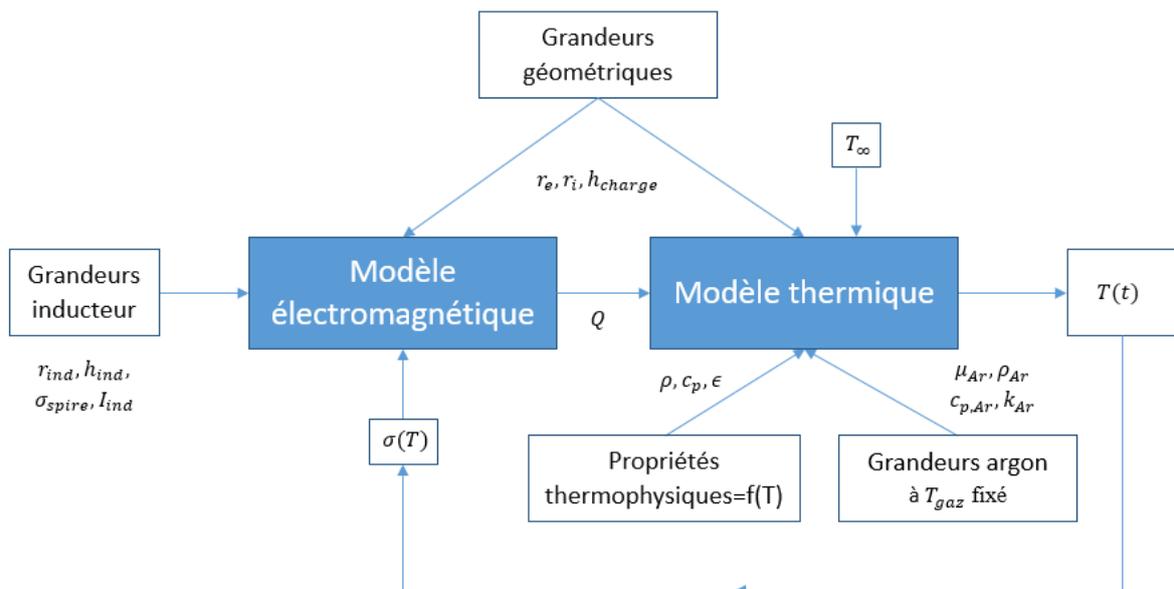


Figure 4.4 : Schéma de résolution du modèle semi-analytique en couplage fort.

L'équation générale (4.16) est résolue à l'aide d'un schéma numérique aux différences finies d'Euler explicite. Le pas de temps fixé pour cette étude est de 0,1s.

1.2.4 Propriétés thermophysiques du tungstène

Le modèle semi-analytique 0D présenté dans cette section est validé expérimentalement sur des charges en tungstène. Ce paragraphe a donc pour objectif de faire un résumé des propriétés thermophysiques d'intérêt du tungstène en fonction de la température. Ces propriétés sont l'émissivité, la conductivité électrique, la capacité thermique et la masse volumique.

L'émissivité prise en compte dans les pertes par rayonnement est une émissivité totale hémisphérique (voir chapitre 1). Sa dépendance à la température est donnée par Touloukian [37] et un ajustement des données permet d'exprimer l'émissivité ϵ_W en fonction de la température T sur l'intervalle (400 – 3000 K) :

$$\epsilon_W(T) = 1,80 \cdot 10^{-14} T^4 - 1,39 \cdot 10^{-10} T^3 + 3,45 \cdot 10^{-7} T^2 - 1,80 \cdot 10^{-4} T + 6,10 \cdot 10^{-2}. \quad (4.17)$$

La conductivité électrique est utilisée pour le calcul de la puissance Joule générée par induction dans la charge. Sa dépendance à la température est donnée par Desai [72] et un ajustement des données permet d'exprimer la conductivité électrique σ_W en fonction de la température T sur l'intervalle (750 – 3600 K) :

$$\sigma_W(T) = 10^8 / (-1,73 + 2,14 \cdot 10^{-2} T + 5,75 \cdot 10^{-6} T^2 - 1,14 \cdot 10^{-9} T^3 + 1,12 \cdot 10^{-13} T^4) \quad [S/m]. \quad (4.18)$$

La capacité thermique est utilisée pour la détermination de la température dans le régime transitoire. White et Minges [73, 74] proposent une corrélation de la capacité thermique C_{pW} en fonction de la température T sur l'intervalle (300 – 3400 K) :

$$C_{pW}(T) = 21,9 + 8,07 \cdot 10^{-3} T - 3,76 \cdot 10^{-6} T^2 + 1,08 \cdot 10^{-9} T^3 + 1,41 \cdot 10^4 \cdot T^{-2} \quad [J/(mol \cdot K)]. \quad (4.19)$$

La masse volumique, tout comme la capacité thermique, est utilisée pour la détermination de la température dans le régime transitoire. White et Minges [73, 74] proposent une corrélation de la masse volumique ρ_W en fonction de la température T sur l'intervalle (300 – 3400 K) :

$$\rho_W(T) = 19250 - 2,66 \cdot 10^{-1} (T - 293,15) - 3,06 \cdot 10^{-6} (T - 293,15)^2 - 9,52 \cdot 10^{-9} (T - 293,15)^3 \quad [kg/m^3]. \quad (4.20)$$

2 Résultats de la modélisation semi-analytique 0D

La modélisation semi-analytique 0D est réalisée en couplage faible et en couplage fort pour un modèle dimensionnel et un modèle adimensionnel. Une étude de sensibilité est tout d'abord effectuée sur les grandeurs physiques ainsi que les paramètres géométriques à partir du modèle en couplage faible. Ensuite, le modèle en couplage fort permet d'établir une corrélation entre la température et le courant inducteur en se rapprochant des contraintes expérimentales au travers de la prise en compte de la dépendance des propriétés thermophysiques avec la température. Le modèle adimensionnel est ensuite utilisé pour une généralisation de l'approche.

2.1 Grille de calcul

Le modèle semi-analytique permet de déterminer la température et le temps d'équilibre à partir de différentes grandeurs (propriétés thermophysiques, propriétés électriques, grandeurs géométriques). Le schéma des données d'entrée et de sortie est explicité dans la figure 4.5.

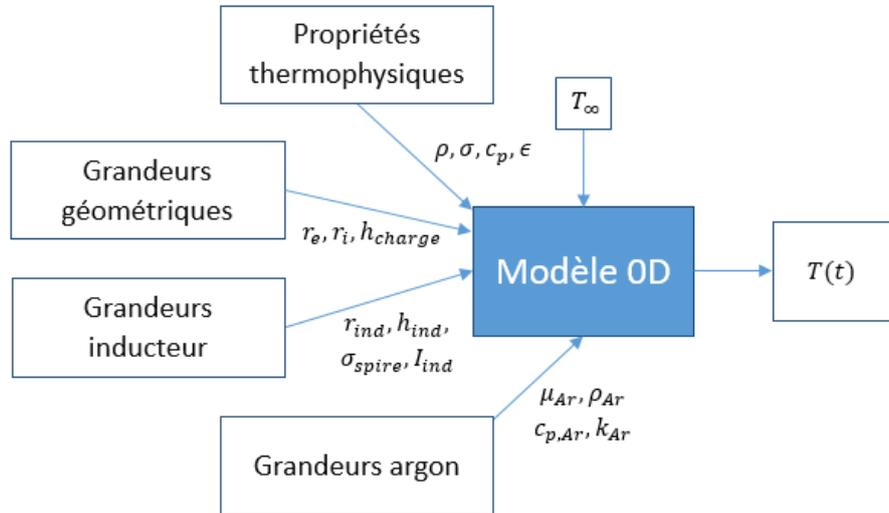


Figure 4.5 : Données d'entrée et de sortie du modèle analytique 0D.

L'étude de sensibilité détaillée dans le paragraphe 2.2 s'intéresse aux grandeurs liées à la charge (propriétés thermophysiques et grandeurs géométriques) ainsi que la température T_∞ . Les propriétés thermophysiques sont évaluées à une température de référence de 1500K pour du tungstène et une gamme de variation autour de cette référence est choisie en fonction de la dispersion des données de la littérature ainsi que de la variation de ces données avec la température. Les paramètres géométriques sont choisis en fonction des charges de tungstène utilisées expérimentalement pour comparaison. La température à l'infini est déterminée en fonction des conditions expérimentales et des mesures réalisées à partir d'un thermocouple de type K positionné au contact de la paroi interne de la cuve du four VITI. La grille de calcul choisie pour l'étude de sensibilité et concernant les grandeurs physiques et géométriques est donnée dans le tableau 4.1.

Grandeurs	Valeurs de référence à 1500K	Variation
Masse volumique ρ [kg/m ³]	18900 [73, 74]	$\pm 10 \%$
Capacité thermique C_p [J/kg.K]	160 [73, 74]	$\pm 10 \%$
Conductivité électrique σ [S/m]	$2,5 \cdot 10^6$ [72]	$\pm 10 \%$
Émissivité ϵ [-]	0,2 [37]	[0,05; 0,2; 0,35; 0,5]
Température à l'infini T_∞ [K]	298	[298; 400; 500]
Rayon externe r_e [mm]	10	[5; 10; 15; 20]
Hauteur h_{charge} [mm]	50	[40; 50; 60]

Tableau 4.1 : Grille de calcul sur les grandeurs physiques et géométriques pour l'étude de sensibilité.

Les paramètres liés à l'inducteur ainsi que les propriétés thermophysiques de l'argon ne sont pas variés au cours de l'étude de sensibilité. Leurs valeurs sont résumées dans le tableau 4.2.

Paramètres inducteur		Propriétés argon	
Rayon inducteur r_{ind}	49 mm	Viscosité dynamique μ_{Ar}	$7,2 \cdot 10^{-5} Pa \cdot s$
Hauteur inducteur h_{ind}	89 mm	Masse volumique ρ_{Ar}	$0,5 kg/m^3$
Conductivité électrique des spires σ_{spire}	$6 \cdot 10^7 S/m$	Capacité thermique $C_{p,Ar}$	$500 J/(kg \cdot K)$
Courant inducteur I_{ind}	900 A	Conductivité thermique k_{Ar}	$0,06 W/(m \cdot K)$
Rayon spires r_{spire}	4 mm		
Fréquence f	113 kHz		

Tableau 4.2 : Paramètres généraux liés à l'inducteur et à l'argon utilisés dans le modèle 0D.

Une corrélation entre la température et le courant inducteur est aussi précisée au paragraphe 2.3. En couplage faible, cette corrélation est considérée pour une température de 1500 K et en couplage fort avec les propriétés thermophysiques dépendantes à la température et données au paragraphe 1.2.4.

2.2 Etude de sensibilité

L'étude de sensibilité porte sur les grandeurs définies dans le tableau 4.1 pour du tungstène. L'objectif est de déterminer l'impact de la variation d'une grandeur sur la température à l'équilibre T_{eq} du système géométrique, défini dans le schéma de la figure 4.2, ou sur le temps d'équilibre t_{eq} nécessaire pour atteindre la température à l'équilibre.

2.2.1 Etude de sensibilité sur les grandeurs physiques

Dans un premier temps, l'étude de sensibilité est menée sur les grandeurs physiques, à savoir la masse volumique, la capacité thermique, l'émissivité, la conductivité électrique et la température à l'infini. Les résultats sont résumés dans le tableau 4.3, où l'intervalle de variation de chaque paramètre est rappelé, avant d'indiquer l'évolution de la température d'équilibre et du temps d'équilibre relativement à celle du paramètre concerné. Le temps d'équilibre est calculé à 95% de la température d'équilibre en cohérence avec les incertitudes expérimentales sur la température.

L'évolution temporelle de la température selon la grille d'essai définie dans le tableau 4.1 est donnée dans l'annexe E.3 pour ne pas alourdir la présentation de cette étude.

Propriétés physiques	Masse volumique [kg/m ³]	Capacité thermique [J/kg.K]	Emissivité [-]	Conductivité électrique [S/m]	Température à l'infini [K]
Valeur de référence	18900	160	0,2	$2,5 \cdot 10^6$	298
Variation	$\pm 10\%$	$\pm 10\%$	[0,05 ; 0,2 ; 0,35 ; 0,5]	$\pm 10\%$	[298 K ; 400 K ; 500 K]
Résultats	$\rho \uparrow$; T_{eq} invariante ; $t_{eq} \uparrow$.	$c_p \uparrow$; T_{eq} invariante ; $t_{eq} \uparrow$.	$\varepsilon \uparrow$; $T_{eq} \downarrow$; $t_{eq} \downarrow$.	$\sigma \uparrow$; $T_{eq} \downarrow$; $t_{eq} \downarrow$.	$T_\infty \uparrow$; $T_{eq} \uparrow$; $t_{eq} \downarrow$.

Tableau 4.3 : Résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres physiques.

L'augmentation de la *masse volumique* ρ entraîne une augmentation du terme ρc_p lié au stockage d'enthalpie et donc à l'évolution temporelle de la température. Le temps d'équilibre t_{eq} augmente de 10% pour une variation de 10% de la masse volumique, alors que la température d'équilibre n'évolue pas et vaut 1975K.

L'augmentation de la *capacité thermique* c_p entraîne aussi une augmentation du terme ρc_p lié à l'évolution temporelle de la température. De la même façon que pour la masse volumique, le temps d'équilibre t_{eq} augmente de 10% pour une variation de 10% de la masse volumique, alors que la température d'équilibre n'évolue pas et vaut 1975K.

L'augmentation de l'*émissivité* ε entraîne une augmentation des pertes thermiques et donc une diminution de la température d'équilibre T_{eq} . De plus, le système évolue plus rapidement ce qui entraîne une diminution du temps d'équilibre. La gamme de variation choisie pour l'émissivité entraîne une variation très significative de la température d'équilibre ainsi que du temps d'équilibre. La température d'équilibre varie entre 1370 et 2760K. Le temps d'équilibre varie entre 100 et 250s.

Dans ce cas-là, l'augmentation de la *conductivité électrique* σ entraîne une diminution de la puissance apportée à la charge par induction et donc une légère diminution de la température d'équilibre T_{eq} . Les autres propriétés thermophysiques étant inchangées, le système va donc atteindre plus rapidement une température d'équilibre moins élevée expliquant la légère diminution du temps d'équilibre. La température d'équilibre varie de l'ordre de 1% et le temps d'équilibre varie de l'ordre de 3%.

L'augmentation de la *température à l'infini* T_∞ entraîne une diminution des pertes thermiques et donc une augmentation de la température d'équilibre T_{eq} . La variation de la température d'équilibre est toutefois très faible et inférieure à 10K. La diminution des pertes thermiques, à capacité thermique constante, entraîne une diminution du temps d'équilibre t_{eq} . Le temps d'équilibre évolue de 10% environ à partir des variations choisies pour la température à l'infini.

Pour chaque paramètre du tableau 4.3, une variation relative en % est définie par rapport à la valeur de référence. Une variation relative en % de la température d'équilibre est aussi définie par rapport à sa valeur calculée pour la valeur de référence du paramètre considéré. Ceci permet de définir la variation en % de la température d'équilibre par rapport à la variation en % du paramètre considéré, afin de mesurer l'impact de chaque paramètre sur la thermique du système. Ces variations relatives

de la température d'équilibre par rapport à celle de chaque paramètre sont représentés dans la figure 4.6, à la fois pour les grandeurs physiques et les paramètres géométriques.

On constate que l'émissivité de la surface est le paramètre physique ayant de loin l'impact le plus important sur la température à l'équilibre ainsi que sur le temps d'équilibre. Ceci est renforcé par le fait que l'émissivité est le paramètre le moins connu puisqu'il dépend du matériau et entre autre de la rugosité.

2.2.2 Etude de sensibilité sur les paramètres géométriques

Dans un second temps, l'étude de sensibilité est menée sur les grandeurs géométriques, à savoir le rayon et la hauteur de la charge. Les résultats sont résumés dans le tableau 4.4, où l'intervalle de variation de chaque paramètre est rappelé, avant d'indiquer l'évolution de la température d'équilibre et du temps d'équilibre. Le rayon interne r_i de la charge est fixé à 2 mm. L'évolution temporelle de la température selon la grille d'essai définie dans le tableau 4.1 est donnée dans l'annexe E.3.

Propriétés géométriques	Rayon externe de la charge [mm]	Hauteur de la charge [mm]
Valeur de référence	10	50
Variation	[5 mm ; 10 mm ; 15 mm ; 20 mm]	[40 mm; 50 mm ; 60 mm]
Résultats	$r_e \uparrow$; $T_{eq} \uparrow$; $t_{eq} \uparrow$.	$h_{charge} \uparrow$; $T_{eq} \downarrow$; $t_{eq} \uparrow$.

Tableau 4.4 : Résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres géométriques.

L'augmentation du rayon externe de la charge r_e entraîne une diminution de la distance avec l'inducteur. Ceci contribue donc à augmenter le champ magnétique au niveau de la charge et dans ce cas la puissance apportée à la charge, impliquant une augmentation de la température d'équilibre T_{eq} . La variation de la température d'équilibre est supérieure à 200K pour la variation considérée sur le rayon de la charge. L'augmentation du rayon externe entraîne aussi une augmentation du terme ρc_p lié à l'évolution temporelle de la température en raison de la présence du volume de la charge dans ce terme, impliquant une augmentation du temps d'équilibre t_{eq} . Cette augmentation du temps d'équilibre est significative passant de 100 à 270s.

L'augmentation de la hauteur de la charge h_{charge} entraîne une augmentation de la surface par laquelle ces pertes s'effectuent et donc des pertes thermiques, ce qui implique une diminution de la température d'équilibre T_{eq} . Cette variation de la température d'équilibre est peu significative et comprise entre 1960 et 2000K. L'augmentation de la hauteur de la charge entraîne aussi une augmentation du terme ρc_p lié à l'évolution temporelle de la température en raison de la présence du volume de la charge dans ce terme, impliquant une augmentation du temps d'équilibre t_{eq} . La variation du temps d'équilibre est de l'ordre de 10%.

Comme pour l'étude sur les grandeurs physiques, une variation relative est déterminée pour les paramètres géométriques. Ceci conduit à déterminer la variation en % de la température d'équilibre par rapport à celle de chaque paramètre géométrique. Ces variations sont comparées à celles déjà indiquées dans la figure 4.6.

On constate que le rayon de la charge est le paramètre géométrique ayant l'impact le plus important sur la température à l'équilibre et le temps à l'équilibre. On note que l'émissivité reste le paramètre ayant de loin l'impact le plus important sur la température à l'équilibre.

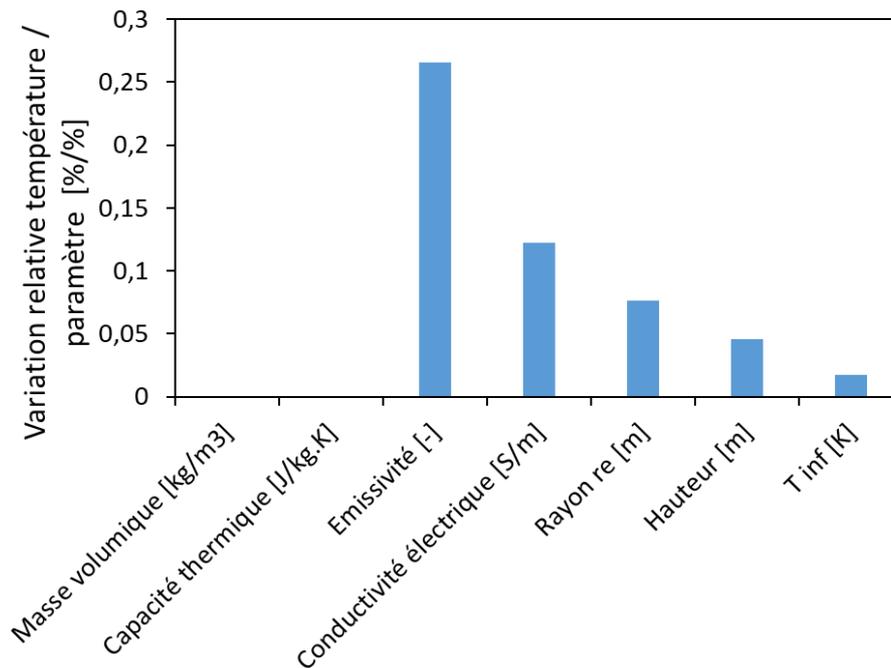


Figure 4.6 : Variation relative de la température d'équilibre par rapport à celle de chaque paramètre physique et géométrique.

2.3 Corrélation température – courant inducteur

La température du système est directement corrélée au courant circulant dans l'inducteur. Plus le courant inducteur est élevé, plus la température de la charge est élevée, en couplage faible comme en couplage fort. Les paramètres physiques et géométriques considérés dans le calcul en couplage faible sont ceux donnés dans le tableau 4.1. Pour le calcul en couplage fort, les propriétés physiques choisies sont celles données dans le paragraphe 1.2.4. Les autres paramètres sont aussi ceux donnés dans le tableau 4.1.

La température d'équilibre et le temps d'équilibre, calculé à 95% de la température d'équilibre, sont déterminés en fonction du courant inducteur et sont représentés dans la figure 4.7.

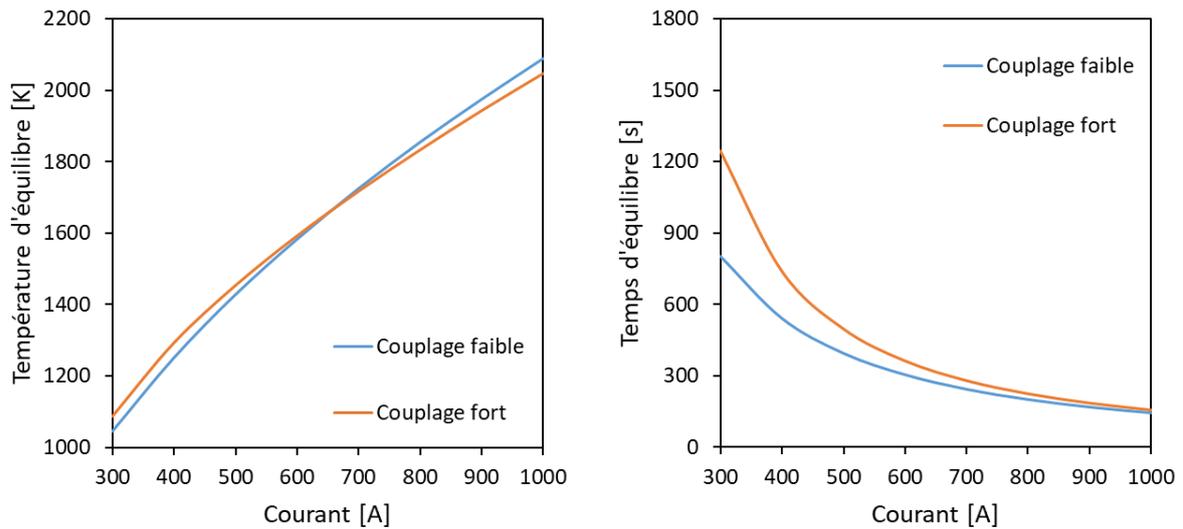


Figure 4.7 : Température d'équilibre (gauche) et temps d'équilibre (droite) en couplage faible et en couplage fort en fonction du courant circulant dans l'inducteur.

La température d'équilibre est légèrement différente selon que le calcul est effectué en couplage faible ou en couplage fort. L'évaluation de la température d'équilibre est identique pour un courant de 650A environ et correspondant à une température de 1600K environ. Cela correspond environ à la température (1500K) à laquelle ont été choisies les propriétés physiques en couplage faible. La température déterminée en couplage fort est plus grande qu'en couplage faible pour des basses températures et plus petite pour des hautes températures. Ceci peut s'expliquer par la dépendance à la température de l'émissivité du tungstène qui a été identifié comme le paramètre prépondérant sur la thermique du système.

Le temps d'équilibre décroît lorsque le courant inducteur augmente. On peut constater que le temps d'équilibre déterminé en couplage fort est plus élevé qu'en couplage faible quel que soit le courant considéré. Ceci peut s'expliquer à nouveau par la dépendance à la température de l'émissivité du tungstène. En effet pour des basses températures, l'émissivité du tungstène est plus faible que celle prise en couplage faible. Ceci entraîne que le système n'évolue pas aussi rapidement en couplage fort qu'en couplage faible, d'où des temps d'équilibres plus grands. Aux hautes températures, le système évolue tellement rapidement que les temps d'équilibres sont similaires pour les deux types de calcul. Ceci peut s'expliquer par le fait que la température à laquelle les propriétés ont été choisies en couplage faible est proche de la température d'équilibre calculée. La rapidité d'évolution thermique atténue donc la différence due à la dépendance en température des propriétés thermophysiques en couplage fort, conduisant à des temps d'équilibre similaires.

L'évolution temporelle de la température est ensuite comparée dans la figure 4.8 en couplage faible et en couplage fort pour un courant de 550A, ce qui correspond à une température d'équilibre d'environ 1500K. Cette température a été choisie car elle correspond à la température à laquelle les propriétés physiques ont été fixées en couplage faible.

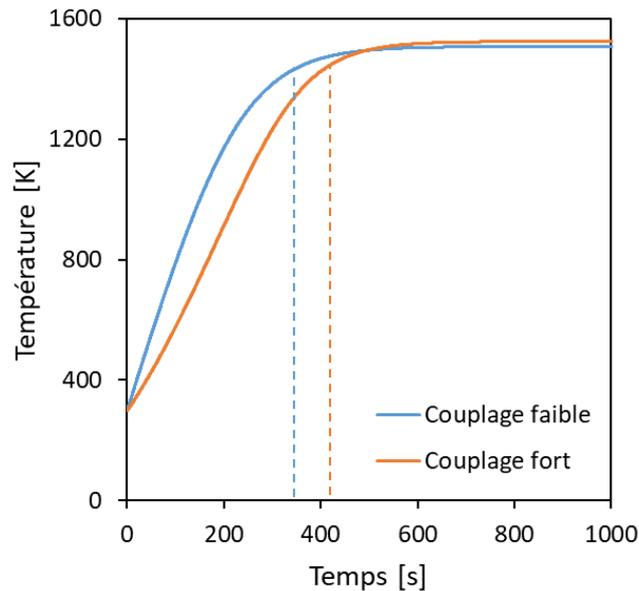


Figure 4.8 : Évolution temporelle de la température de la charge considérée en couplage faible et en couplage fort pour un courant de 550A.

La température d'équilibre est quasiment identique pour les deux types de calcul, mais le temps d'équilibre est supérieur dans le cas du couplage fort.

On considère que le modèle en couplage fort décrit une évolution temporelle de la température davantage cohérente que le modèle en couplage faible. Cependant, le modèle en couplage faible est pertinent pour déterminer la température d'équilibre si les propriétés physiques sont choisies à la température d'équilibre. Mais, pour expliciter l'évolution temporelle de la température, le couplage fort semble plus approprié. Le modèle en couplage faible est donc suffisant pour déterminer la température d'équilibre, tandis que le modèle en couplage fort est à privilégier pour des calculs cinétiques.

3 Modèle adimensionnel

Un modèle analytique adimensionnel a été développé dans le but de regrouper certains paramètres et généraliser l'approche de manière plus qualitative. Une extension du modèle est proposée en annexe E.4 avec l'ajout d'un module de changement de phase en lien avec les mesures de très hautes températures et de propriétés thermophysiques sur des matériaux liquides.

3.1 Description du modèle

L'objectif de ce paragraphe est d'écrire l'équation de la chaleur (4.16) sous une forme adimensionnelle à l'aide de nombres adimensionnels ayant une signification physique connue. La géométrie et les conditions aux limites choisies, présentées dans la figure 4.2, restent valables pour ce modèle adimensionnel.

3.1.1 Définition des grandeurs adimensionnelles

Toutes les grandeurs de l'équation (4.16) sont adimensionnalisées à l'aide de leur valeur à l'équilibre.

L'adimensionnement \tilde{T} de la température T est réalisé par rapport à sa grandeur à l'équilibre T_{eq} et par rapport à la température à l'infini T_∞ ,

$$\tilde{T} = \frac{T - T_\infty}{T_{eq} - T_\infty}. \quad (4.21)$$

L'adimensionnement \tilde{h} du coefficient d'échange effectif h_{eff} est réalisé par rapport à sa grandeur à l'équilibre $h_{eff}(\tilde{T} = 1)$,

$$\tilde{h} = \frac{h_{eff}(\tilde{T})}{h_{eff}(\tilde{T} = 1)}. \quad (4.22)$$

L'adimensionnement \tilde{Q} de la puissance Joule apportée par induction Q est réalisé par rapport aux pertes thermiques à l'équilibre sur la surface latérale S_{lat} ,

$$\tilde{Q} = \frac{Q}{S_{lat} h_{eff}(\tilde{T} = 1) (T_{eq} - T_\infty)}. \quad (4.23)$$

L'adimensionnement \tilde{t} du temps t est réalisé par rapport au temps d'équilibre t_{eq} ,

$$\tilde{t} = \frac{t}{t_{eq}}. \quad (4.24)$$

L'adimensionnement \tilde{C}_p de la capacité thermique C_p est réalisé par rapport à sa valeur à l'équilibre,

$$\tilde{C}_p = \frac{\rho(\tilde{T}) C_p(\tilde{T})}{\rho C_p|_{\tilde{T}=1}}. \quad (4.25)$$

3.1.2 Équation générale

L'équation de la chaleur sous sa forme adimensionnelle s'exprime à partir des grandeurs adimensionnelles définies au paragraphe précédent selon l'équation suivante,

$$\frac{\tilde{C}_p}{Fo Bi} \frac{d\tilde{T}}{d\tilde{t}} = \tilde{Q} - \tilde{h}\tilde{T}, \quad (4.26)$$

avec :

- $Fo = t_{eq} \frac{D}{L_c^2}$, le nombre de Fourier évalué au temps d'équilibre,
- $D = \frac{k}{\rho C_p}$, la diffusivité thermique de la charge en m^2/s ,
- $L_c = \frac{V}{S_{convection}} = \alpha \frac{r_e}{2}$, la longueur caractéristique correspondant au rapport du volume de la charge sur sa surface latérale, soit ici la surface d'échange par convection, avec $\alpha = 1 - \frac{r_i^2}{r_e^2}$,
- $Bi = \frac{h_{eff}(\tilde{T}=1)L_c}{k}$.

Le détail de l'obtention de l'équation (4.26) est donné dans l'annexe E.2.

On définit une puissance nette \tilde{P} comme la différence entre le terme source \tilde{Q} et les pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$, soit $\tilde{P} = \tilde{Q} - \tilde{h}\tilde{T}$.

3.2 Résultats du modèle adimensionnel

Le modèle adimensionnel étant construit dans le but de développer une analyse physique, une seule géométrie pour un matériau est considérée. En couplage faible, les grandeurs choisies sont celles

données dans le tableau 4.1. En couplage fort, les propriétés physiques sont celles données dans le paragraphe 1.2.4. Les paramètres liés à l'argon et à l'inducteur sont toujours ceux indiqués dans le tableau 4.2. Les résultats en couplage faible et en couplage fort sont ainsi comparés qualitativement pour un matériau, une géométrie et un courant inducteur.

Le temps est adimensionné par rapport au temps à l'équilibre calculé pour 95% de la valeur de la température à l'équilibre.

Quatre grandeurs adimensionnelles sont représentées en fonction du temps adimensionnel, à savoir la température \tilde{T} , la puissance Joule \tilde{Q} , les pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$ et la puissance nette \tilde{P} . Les résultats en couplage faible et en couplage fort sont représentés dans la figure 4.9. Les grandeurs représentées sont adimensionnées chacune par rapport à leur valeur en couplage faible et en couplage en fort.

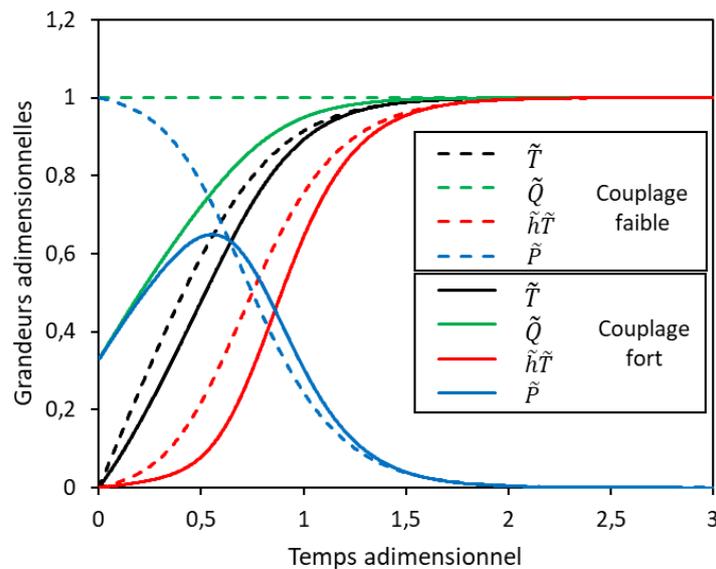


Figure 4.9 : Grandeurs adimensionnelles en fonction du temps adimensionnel pour le couplage faible (trait pointillé) et le couplage fort (trait plein). Température \tilde{T} , puissance Joule \tilde{Q} , pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$ et puissance nette \tilde{P} .

En couplage fort, la puissance adimensionnelle \tilde{Q} évolue en raison de la dépendance à la température de la conductivité électrique de la charge.

Les pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$ augmentent plus lentement en couplage fort qu'en couplage faible. Ceci s'explique par la dépendance à la température des propriétés thermophysiques de la charge en couplage fort, alors qu'en couplage faible elles sont constantes et égales à 1500K.

Tout ceci se répercute sur la puissance nette \tilde{P} qui décroît de sa valeur maximale, soit un, jusqu'à zéro en couplage faible. Son évolution est en effet inversement proportionnelle à celle des pertes thermiques. Mais, en couplage fort, l'évolution de la puissance nette est un peu plus complexe. Sa valeur initiale est inférieure à un, étant donné que la puissance adimensionnelle \tilde{P} augmente avec la température. La puissance nette passe ensuite par un maximum correspondant au point d'inflexion de la température, c'est-à-dire l'instant où le chauffage est le plus efficace et l'augmentation de la température la plus rapide. Le modèle adimensionnel peut donc être utilisé pour déterminer la rampe maximale de la température. Ceci permet de choisir le courant inducteur afin de limiter la vitesse de chauffe en lien avec le matériau considéré. En effet, certains matériaux comme les céramiques ne peuvent pas être chauffés trop rapidement sans la création de fissures, en particulier pour certaines

gamme de températures où il se produit des transformations cristallographiques à l'état solide, appelées transformations allotropiques.

4 Modélisation numérique Comsol en 2D

Le modèle semi-analytique décrit précédemment permet seulement d'estimer au premier ordre la température d'un échantillon considéré. Afin de modéliser plus finement le champ de température des échantillons utilisés dans les configurations expérimentales décrites au chapitre 5, un modèle numérique 2D axisymétrique a été développé à l'aide du logiciel Comsol.

4.1 Description du modèle

Le modèle numérique Comsol [75] est composé d'un modèle électromagnétique, décrivant le chauffage par induction d'une charge cylindrique, et d'un modèle thermique, décrivant les échanges de chaleur.

4.1.1 Modèle électromagnétique

La géométrie retenue pour le modèle électromagnétique est la même que pour le modèle semi-analytique, et indiquée dans la figure 4.1. L'hypothèse de la nappe de courant (paragraphe 1.1.2) s'applique aussi pour ce modèle en 2D. Le champ électromagnétique est donc généré par l'inducteur modélisé par une nappe de courant à une fréquence donnée, correspondant à celle du générateur utilisé pour les expériences.

Le modèle permet d'intégrer directement le terme analytique de la puissance Joule apportée par induction à la charge considérée. Pour cette modélisation, le module électromagnétique implémenté dans Comsol est utilisé afin de définir le champ électromagnétique au sein du système chauffé par induction. Ce modèle est défini par les équations de Maxwell ainsi que la loi d'Ampère, conduisant à l'équation générale (4.27). Les grandeurs en gras sont des grandeurs vectorielles.

$$(\mathbf{j}\omega\sigma - \omega^2\epsilon_0\epsilon_r)\mathbf{A} + \nabla \times (\mu_0^{-1}\mu_r^{-1}\mathbf{B}) - \sigma\mathbf{v} \times \mathbf{B} = \mathbf{J}_e, \quad (4.27)$$

avec $\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A}$ et $\mathbf{D} = \epsilon_0\epsilon_r\mathbf{E}$. \mathbf{D} correspond au champ électrique de déplacement.

Par conservation au sein du système : $\nabla \cdot \mathbf{J} = 0$.

L'ensemble du système modélisé est placé dans une boîte magnétique, dont le champ magnétique aux parois suffisamment éloignées est nul, afin de permettre le rebouclage des lignes de champ au loin de l'échantillon.

4.1.2 Modèle thermique

Le modèle thermique est décrit à partir de l'équation de la chaleur donnant l'évolution temporelle de la température à partir des propriétés physiques du matériau considéré et du terme source de chaleur défini par le modèle électromagnétique,

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla(k\nabla T) + Q, \quad (4.28)$$

avec ρ la masse volumique ($kg.m^3$) du matériau constitutif de la charge, C_p sa capacité thermique massique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$), k sa conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$), T la température (K) du système et Q la source de chaleur volumique apportée au système ($W.m^{-3}$).

L'évolution de la température de la charge considérée est décrite par l'équation (4.28) à laquelle il faut ajouter des conditions aux limites (voir figure 4.2). On suppose que la surface latérale subit des pertes thermiques par conduction-convection et par rayonnement. La surface supérieure subit des pertes thermiques par rayonnement uniquement. Aucune condition n'est appliquée à la surface inférieure, qui en pratique est au contact du support sur lequel la charge est posée (voir paragraphe 4.5).

La condition aux limites pour le rayonnement vers les structures environnantes refroidies est basée sur la continuité de flux normal à la frontière :

$$k \frac{\partial T}{\partial n} = \epsilon \sigma_B (T^4 - T_\infty^4), \quad (4.29)$$

avec n le vecteur normal sortant, ϵ l'émissivité du matériau, $\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8} W/(m^2.K^4)$ la constante de Stefan-Boltzmann et T_∞ la température à l'infini.

La condition aux limites pour l'échange conducto-convectif dans le gaz ambiant présent autour de la charge s'écrit :

$$k \frac{\partial T}{\partial n} = h_{conv} (T - T_\infty), \quad (4.30)$$

avec h_{conv} le coefficient d'échange en $W.m^{-2}.K^{-1}$ défini par (4.9).

4.2 Présentation et résolution de la modélisation

Le modèle numérique 2D est appliqué à une charge dont la géométrie est donnée dans la figure 4.1 et dont le matériau est du tungstène.

De la même façon que le modèle semi-analytique, le modèle 2D est construit selon les deux schémas, définis dans la figure 4.3 pour le couplage faible et dans la figure 4.4 pour le couplage fort. La différence entre ces deux modèles repose seulement sur la définition des propriétés thermophysiques du matériau considéré et leur dépendance à la température. Les propriétés du tungstène sont données en fonction de la température dans le paragraphe 1.2.4. La conductivité thermique n'est pas choisie dépendante à la température puisqu'elle varie peu entre 1000 et 3000K pour le tungstène [73]. Sa valeur est fixée à $110 W/(m.K)$.

Le maillage utilisé est déterminé en fonction des paramètres électromagnétiques et géométriques. Le couplage électromagnétique a lieu dans la partie superficielle de la charge, appelée peau électromagnétique, et définie par la fréquence et la conductivité électrique du matériau considéré. Le maillage est donc affiné dans la peau électromagnétique.

De plus, afin de mieux définir le champ électromagnétique, le maillage est affiné dans l'entrefer, entre l'inducteur et la charge. Le maillage affiné est représenté dans la figure 4.10 et a été optimisé suite à une étude de convergence en maillage. Le maillage est constitué d'élément triangulaire, dont les caractéristiques sont indiquées dans le tableau 4.5 pour les différentes zones.

Le solveur utilisé est un solveur MUMPS avec un pas de temps de 1s pour une durée de modélisation de quelques milliers de secondes. Les temps de calcul typiques pour ce modèle sont de l'ordre d'une quinzaine de minutes.

Un maillage est ensuite appliqué à l'ensemble de la géométrie et de la boîte magnétique renfermant le tout. Le maillage intégral choisi est représenté sur la figure 4.11.

	Peau électromagnétique	Entrefer	Ensemble de la géométrie
Taille d'élément minimale [mm]	0,03	0,03	0,2
Taille d'élément maximale [mm]	0,5	1	33
Taux de croissance	1,05	1,05	1,3

Tableau 4.5 : Caractéristiques du maillage utilisé pour la modélisation.

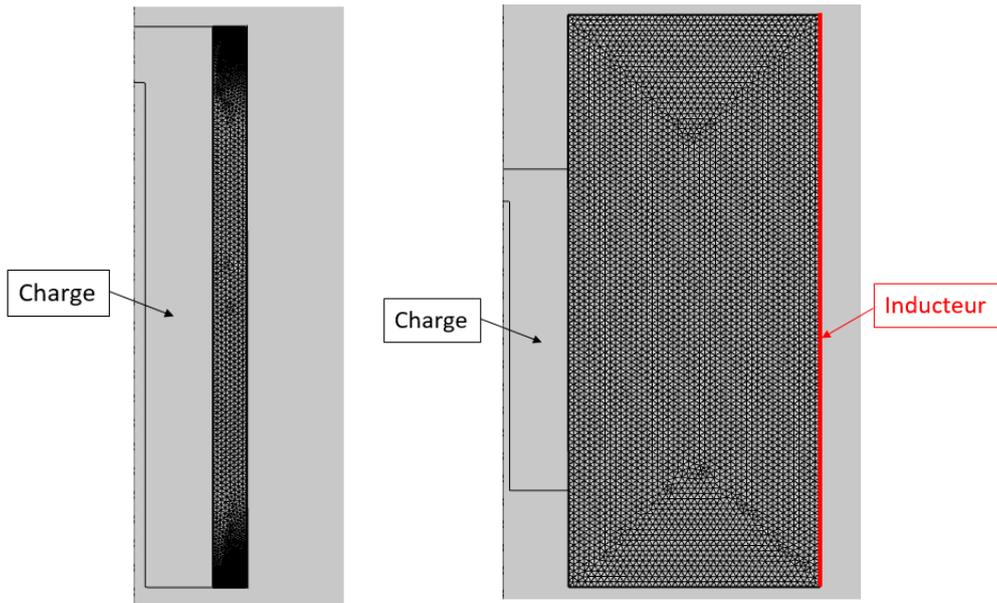


Figure 4.10 : Maillage considéré pour la modélisation sur Comsol, affiné dans la peau électromagnétique (gauche) et affiné dans l'entrefer (droite).

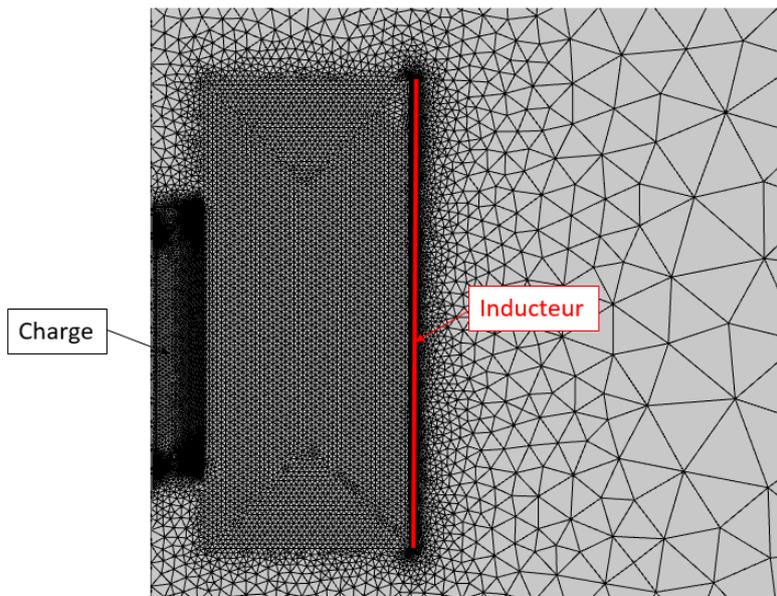


Figure 4.11 : Maillage intégral considéré pour la modélisation sur Comsol.

4.3 Comparaison avec le modèle 0D

Le modèle numérique Comsol 2D est réalisé en couplage fort uniquement sur une géométrie 2D axisymétrique. Dans ce paragraphe, les calculs effectués par résolution de l'équation locale de la chaleur sont présentés et comparés (pour leur valeur à l'équilibre) à ceux obtenus avec le modèle semi-analytique 0D en considérant une géométrie équivalente pour l'évaluation des pertes thermiques. L'objectif de cette comparaison est de proposer une intercomparaison des deux modèles, lesquels seront confrontés à l'expérience par la suite (voir paragraphe 3.3 du chapitre 5). L'évolution de la température est déterminée à partir des paramètres géométriques définis dans le tableau 4.1, avec des propriétés physiques définies au paragraphe 1.2.4 et pour des grandeurs liées à l'inducteur et l'argon définies dans le tableau 4.2. L'intercomparaison des modèles est effectuée pour plusieurs géométries sur la température et le temps d'équilibre ainsi que l'évolution temporelle.

Dans le modèle 2D, la température à l'équilibre est calculée à la fois sur le dessus et sur le côté de l'échantillon considéré, respectivement aux points A et B de la figure 4.2. Les températures et les temps d'équilibre calculés dans les modèles 0D et 2D sont donnés dans le tableau 4.6.

Courant [A]	Modèle 0D		Modèle 2D – point A		Modèle 2D – point B	
	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]
300	1086	1244	1101	1320	1101	1325
400	1292	739	1297	742	1296	745
500	1453	497	1454	526	1454	528
600	1592	363	1591	369	1592	371
700	1717	280	1714	285	1716	286
800	1833	225	1828	223	1831	225
900	1943	186	1935	188	1940	190
1000	2047	157	2036	167	2042	165

Tableau 4.6 : Températures et temps d'équilibre pour les modèles 0D et 2D pour des courants de 300 à 1000A.

Dans un premier temps, la température d'équilibre et le temps d'équilibre sont déterminés pour des courants allant de 300 à 1000A, correspondant à la gamme des courants sur l'installation VITI. La figure 4.12 représente la température d'équilibre calculée en fonction du courant circulant dans l'inducteur pour les modèles 0D et 2D.

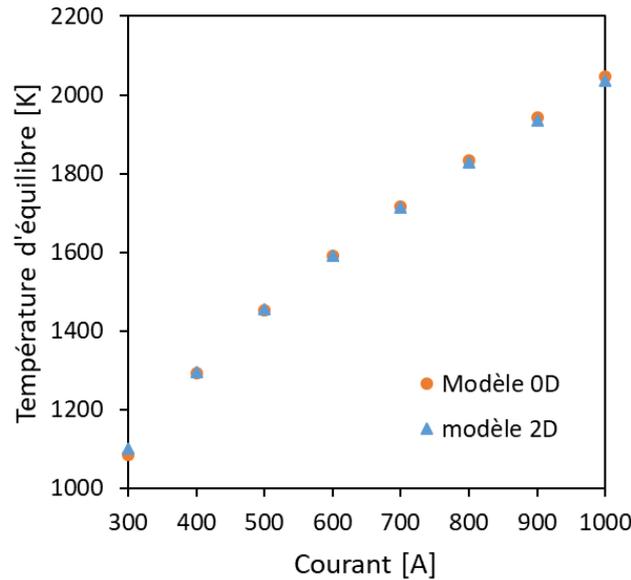


Figure 4.12 : Comparaison des températures d'équilibre calculées avec le modèle 0D et avec le modèle 2D au point A en fonction du courant.

On note que les deux modèles sont en très bon accord l'un par rapport à l'autre en ce qui concerne l'évaluation de la température d'équilibre, et cela pour l'intégralité de la gamme de courant étudiée. Pour un courant inducteur de 300A, la température d'équilibre évaluée avec le modèle 2D est supérieure de quinze degrés à celle évaluée avec le modèle 0D, soit 1,4% pour une température d'équilibre de 1100K. Alors que pour un courant de 1000A, c'est la température évaluée par le modèle 0D qui est légèrement supérieure de douze degrés, soit 0,5% pour une température d'équilibre de 2050K. L'inversion des courbes des deux modèles se produit autour de 550A pour une température d'équilibre de 1500K environ.

Les temps d'équilibre, déterminés pour les modèles 0D et 2D, sont également comparés en fonction du courant circulant dans l'inducteur. La figure 4.13 représente la température d'équilibre calculée en fonction du courant circulant dans l'inducteur pour les modèles 0D et 2D. Les temps d'équilibre représentés sont calculés à 95% de la température d'équilibre.

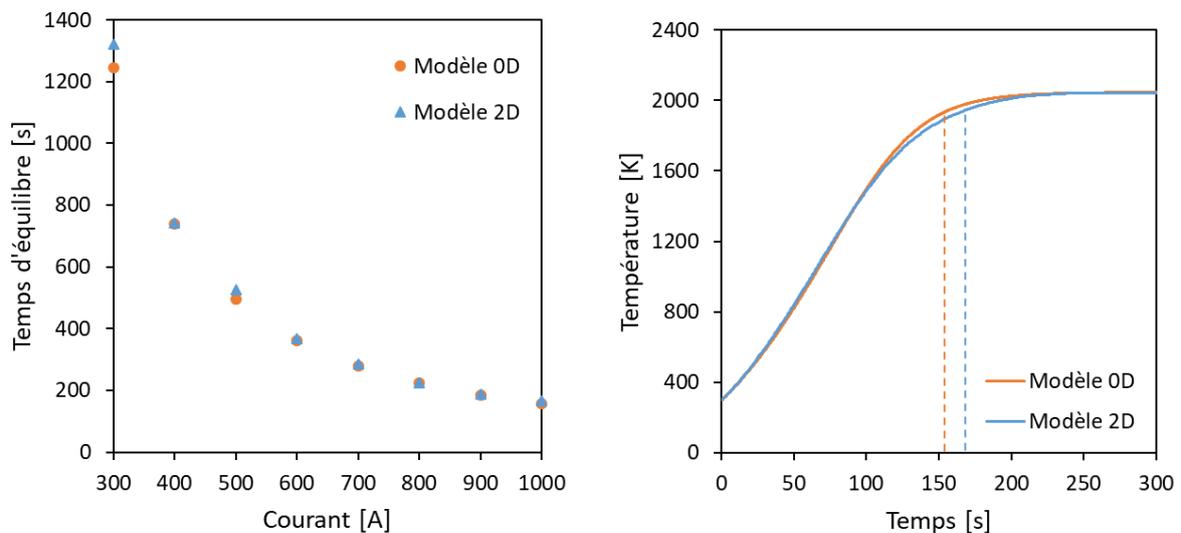


Figure 4.13 : Comparaison des temps d'équilibre calculés avec le modèle 0D et avec le modèle 2D en fonction du courant (gauche) et évolution temporelle de la température (droite) pour un courant de 1000A.

L'évolution temporelle de la température en fonction du courant est très similaire entre les modèles 0D et 2D. De manière générale, le temps d'équilibre est légèrement supérieur dans le modèle 2D. Une petite différence peut toutefois être notée pour un courant de 300A, où le temps d'équilibre est plus grand avec le modèle 2D.

Le très bon accord entre les deux modèles sur la température et le temps d'équilibre permet de conclure sur l'intercomparaison des deux modèles. Le modèle 0D est donc un modèle permettant de déterminer avec une bonne précision la température d'un système et son évolution sans systématiquement passer par un calcul numérique sur une géométrie 2D axisymétrique.

Dans un second temps, la température d'équilibre et le temps d'équilibre sont déterminés pour différentes géométries et pour un courant de 900A. Le tableau 4.7 résume l'ensemble des résultats obtenus pour différentes géométries, selon la hauteur et le rayon externe.

Hauteur [mm] x Rayon [mm]	Modèle 0D		Modèle 2D – point A		Modèle 2D – point B	
	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]	Température d'équilibre [K]	Temps d'équilibre [s]
40 x 10	1962	175	1974	184	1974	186
40 x 20	2100	259	2102	257	2120	259
50 x 10	1943	186	1935	188	1940	190
50 x 20	2061	288	2051	290	2074	292
60 x 10	1930	193	1890	206	1908	207
60 x 20	2034	310	1992	319	2025	321

Tableau 4.7 : Températures et temps d'équilibre pour les modèles 0D et 2D pour différentes géométries et un courant de 900A.

Les données du tableau 4.7 montrent que l'intercomparaison entre les deux modèles 0D et 2D est toujours très bonne pour les différentes géométries considérées. Le modèle 0D peut donc être utilisé pour évaluer rapidement la température du système considéré. Le modèle 2D avec un calcul temporel peut être utilisé pour disposer si nécessaire de la cartographie thermique de l'échantillon. Ce modèle permet d'extrapoler à d'autres géométries ou d'autres matériaux pour lesquels la condition $Bi \ll 1$ n'est plus vérifiée et donc pour lesquels le modèle 0D ne peut être appliqué.

4.4 Résultats du modèle 2D

Après avoir été comparé au modèle 0D dans le paragraphe 4.3 à partir de deux points de mesures choisis, le modèle 2D est étudié dans son ensemble à partir de la cartographie thermique. L'objectif est de valider un modèle Comsol en géométrie 2D axisymétrique afin de pouvoir déterminer plus finement le champ de température des échantillons utilisés dans les configurations expérimentales décrites au chapitre 5.

Les calculs sont effectués par résolution de l'équation de la chaleur en couplage fort à partir des paramètres géométriques définis dans le tableau 4.1, avec des propriétés physiques définies au

paragraphe 1.2.4 et pour des grandeurs liées à l'inducteur et l'argon définies dans le tableau 4.2. Ces calculs correspondent aux résultats déjà présentés dans le paragraphe 4.3.

Le champ de température associé à la géométrie considérée est représenté dans ce paragraphe sous la forme d'isothermes, complétées par les densités de flux de chaleur représentées par des flèches de taille proportionnelle.

La cartographie thermique complète de la charge (hauteur 50 mm et rayon 10 mm) pour un courant de 900A est représentée dans la figure 4.14.

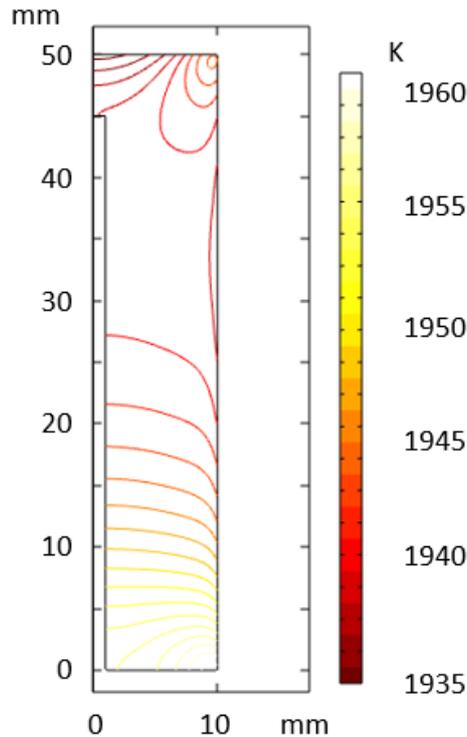


Figure 4.14 : Cartographie thermique complète. Isothermes pour un courant de 900A et une géométrie de hauteur 50 mm et de rayon 10 mm.

En raison de l'isolation thermique imposée au bas de la charge, cette zone est la plus chaude. Mais, le gradient vertical de température est limité à moins de 30K en raison de la conductivité thermique élevée du tungstène.

La cartographie thermique de la charge est étudiée par zone. Tout d'abord, le milieu de la charge est étudié, puis la partie supérieure. On peut noter en effet la présence d'une zone chaude en haut de la charge sur la partie externe, qui est détaillée dans la figure 4.16.

Afin d'étudier plus en détail la cartographie thermique de la charge représentée dans la figure 4.14, les densités de flux de chaleur sont aussi représentées dans les figures suivantes.

Dans un premier temps, la zone étudiée est au milieu de la charge loin des effets des bords supérieurs et inférieurs. Un zoom est effectué dans la figure 4.15 sur une zone d'environ 10 mm de hauteur et sur toute la largeur de la charge considérée.

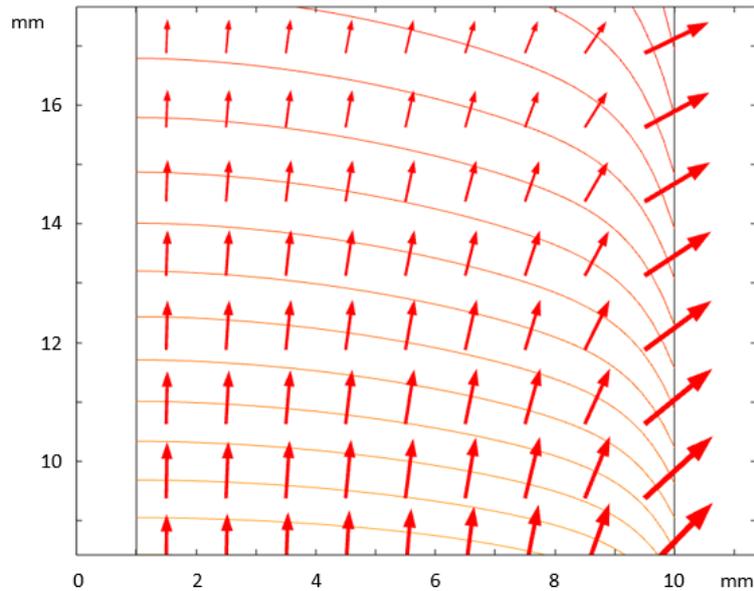


Figure 4.15 : Cartographie thermique du milieu de la charge. Isothermes et densités de flux de chaleur.

Loin de la surface externe de la charge, les isothermes sont essentiellement horizontales et les densités de flux de chaleur sont verticales, en raison de l'isolation thermique sur le bas de la charge et des pertes thermiques sur la surface supérieure. A proximité de la surface latérale, les isothermes s'arrondissent pour devenir verticales et les densités de flux de chaleur deviennent horizontales en raison des pertes thermiques appliquées à la surface latérale. En se rapprochant des surfaces supérieures et inférieures, les isothermes et les densités de flux de chaleur ne vont plus suivre cette évolution.

Dans un second temps, la zone étudiée est la partie supérieure de la charge avec la présence de la zone chaude. La figure 4.16 détaille cette zone avec deux niveaux de zoom différents : une zone d'environ 10 mm de hauteur et sur toute la largeur de la charge considérée et une zone d'environ 2 mm de hauteur et 2 mm de largeur sur le coin supérieur droit.

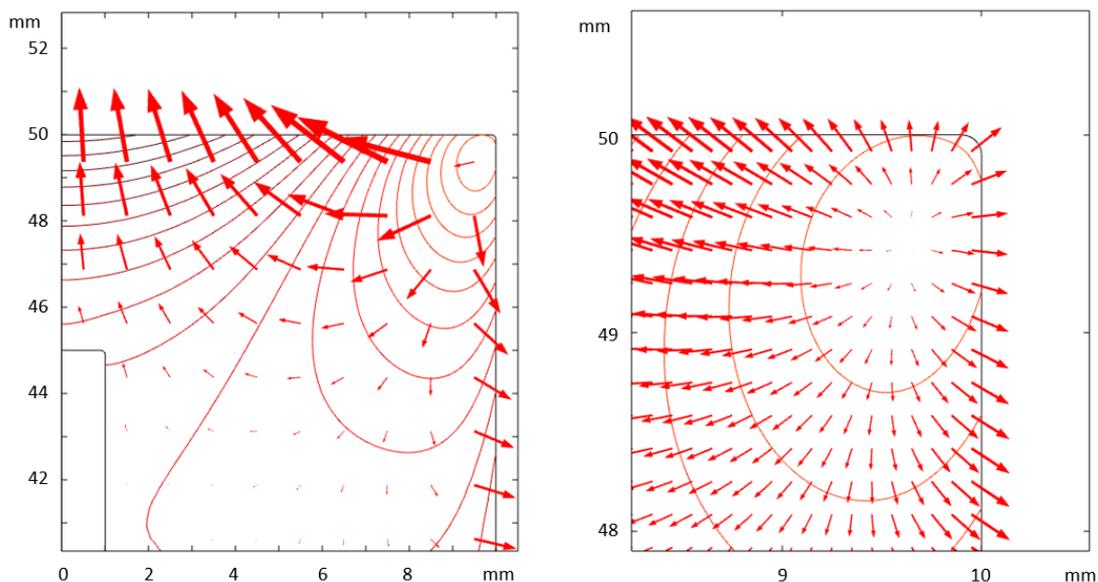


Figure 4.16 : Cartographie thermique du haut de la charge (gauche) et zoom sur le coin supérieur droit (droite). Isothermes et densités de flux de chaleur.

Loin du coin, on retrouve l'évolution décrite dans la figure 4.15 pour les surfaces supérieure et latérale. Le zoom sur le coin montre que les densités de flux de chaleur sur les surfaces de la charge sont orientées vers l'extérieur témoignant de la présence de pertes thermiques sur ces surfaces. Les conditions aux limites thermiques au niveau du coin supérieur droit nécessite d'être analysées à cause de leur incompatibilité. Les densités de flux de chaleur sont en effet orientées vers le haut sur la partie supérieure, tandis qu'elles sont orientées vers l'extérieur sur la partie latérale. Un arrondi a donc été mis en place au niveau du coin de la charge afin d'assurer la continuité des densités de flux de chaleur, qui sont désormais orientées de façon normale à la surface sur tout le coin supérieur droit (voir figure 4.17 à droite).

La présence de la zone chaude est très limitée sur environ 1 mm. L'analyse de la densité de courant orthoradial générée par induction dans la charge montre dans la figure 4.17 la présence d'une forte densité de courant au même endroit que la zone chaude. Cette forte densité de courant entraîne donc logiquement une température localement plus élevée, de seulement 10 degrés par rapport au point A (centre de la surface supérieure). On peut noter que la densité de courant est concentrée sur un anneau de 3 mm environ sur la partie externe de la charge. Cette valeur est en accord avec l'épaisseur de peau calculée à partir de l'équation (4.1), qui est de 1,5 mm et correspond à une atténuation spatiale du courant de 63% à travers l'épaisseur de peau électromagnétique. On se situe donc dans un cas de couplage dit de « faible peau » entre la charge et l'inducteur.

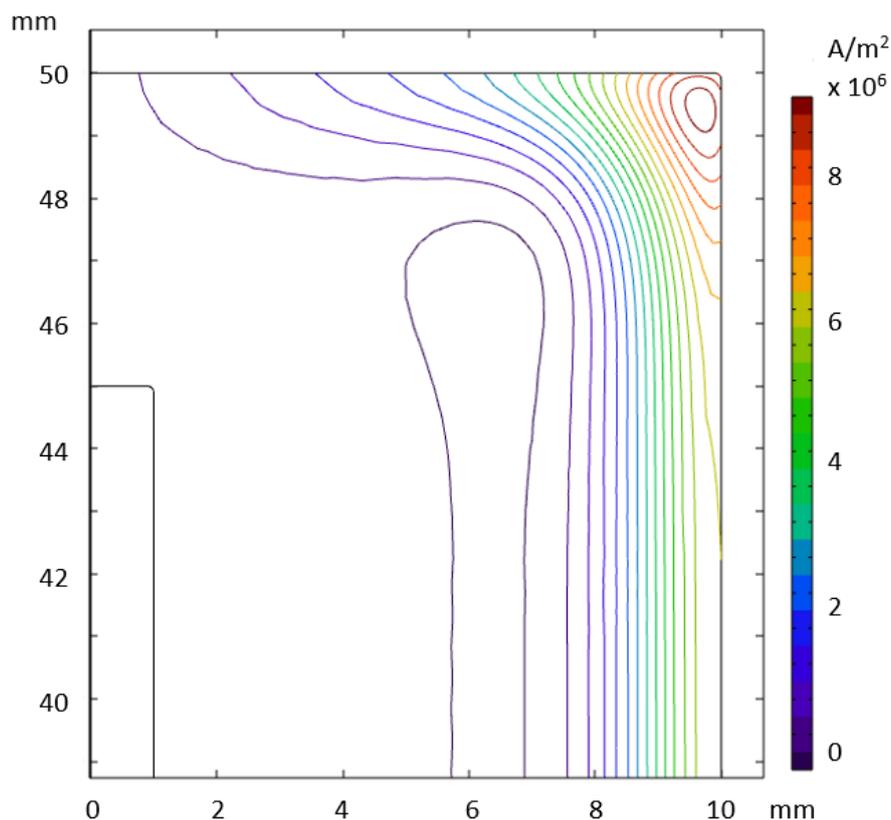


Figure 4.17 : Cartographie de la densité de courant orthoradial sur la partie supérieure de la charge.

Le modèle 2D développé sur Comsol permet donc de déterminer la cartographie thermique de la charge avec les densités de flux de chaleur donnant une indication sur les flux de chaleur en surface et au sein de la charge. Ce modèle est donc un bon outil pour prédire les consignes expérimentales pour la réalisation des essais, pour interpréter les résultats obtenus et pour optimiser le montage expérimental (matériaux, géométrie, interposition d'écrans thermiques, ...).

L'inconvénient de ce modèle est qu'il considère une charge cylindrique seule, alors qu'expérimentalement la charge est posée sur un support. La comparaison avec les données expérimentales (paragraphe 3 du chapitre 5) montre que ce modèle ne permet pas de modéliser précisément les configurations expérimentales. La géométrie de ce modèle est donc modifiée dans le paragraphe 4.5 afin de s'approcher au mieux des configurations expérimentales.

4.5 Modification de la géométrie

Jusqu'à présent, les modèles développés (0D et 2D) ne considéraient qu'une géométrie simple plutôt éloignée de la configuration expérimentale. Le modèle 0D ne pouvait pas intégrer la modélisation d'un support. De plus, le modèle 2D a dans un premier temps été développé dans le but de proposer une validation par intercomparaison entre les modèles 0D et 2D. L'extrapolation est maintenant possible à d'autres géométries.

L'objectif de cette partie est donc de modifier le modèle Comsol 2D pour qu'il puisse servir en complément des expériences réalisées sur l'installation VITI à la fois pour la préparation des essais et leur post-traitement, sans que ce modèle ne devienne trop complexe. L'ajout d'un support en graphite permet de s'approcher des conditions expérimentales rencontrées sur l'installation VITI et décrites dans le paragraphe 2.1 du chapitre 5.

De la même manière qu'au paragraphe précédent, les calculs sont effectués par résolution de l'équation de la chaleur à partir des paramètres géométriques définis dans le tableau 4.1, avec les propriétés physiques définies au paragraphe 1.2.4 et les grandeurs liées à l'inducteur et l'argon définies dans le tableau 4.2. La géométrie considérée dans ce paragraphe est une charge cylindrique de hauteur 50 mm et de rayon 10 mm.

Le champ de température associé à la géométrie considérée est représenté dans ce paragraphe sous la forme d'isothermes, complétées par les densités de flux de chaleur représentées par des flèches de taille proportionnelle.

Le support est modélisé de façon simplifiée (voir figure 4.19) pour correspondre à la configuration expérimentale. Pour cela, on considère un support en graphite cylindrique de rayon 10 mm et percé par un trou de rayon 3 mm pour permettre le passage d'un thermocouple. La partie supérieure du support, sur laquelle repose la charge de tungstène, fait 20 mm de rayon sur une hauteur de 5 mm. La hauteur totale du support est de 100 mm. Les propriétés thermophysiques du graphite [76] prises en compte dans le modèle sont rassemblées dans le tableau 4.8.

Propriétés thermophysiques	Valeurs
Masse volumique [kg/m ³]	1800
Capacité thermique [J/kg.K]	710
Émissivité [-]	0,86
Conductivité électrique [S/m]	10 ⁵
Conductivité thermique [W/m.K]	100

Tableau 4.8 : Propriétés thermophysiques du graphite [76].

La géométrie de la charge est identique à celle donnée dans la figure 4.2, à laquelle le support est ajoutée. Les conditions aux limites thermiques sont identiques pour les surfaces supérieure et latérale de la charge, à savoir une condition de rayonnement pour la surface supérieure et une condition de

rayonnement et de convection pour la surface latérale. Une condition de convection est appliquée au support en graphite ainsi qu'une condition de rayonnement. Une température de $T_\infty = 298K$ est imposée au bas du support modélisant le refroidissement de celui-ci par une circulation d'eau. Les points A et B sont placés aux mêmes endroits que précédemment, soit respectivement au centre des surfaces supérieure et latérale. L'ensemble de la géométrie et des conditions aux limites thermiques sont représentées sur la figure 4.18. Le modèle électromagnétique est modifié de telle sorte que l'inducteur puisse coupler avec le support en graphite.

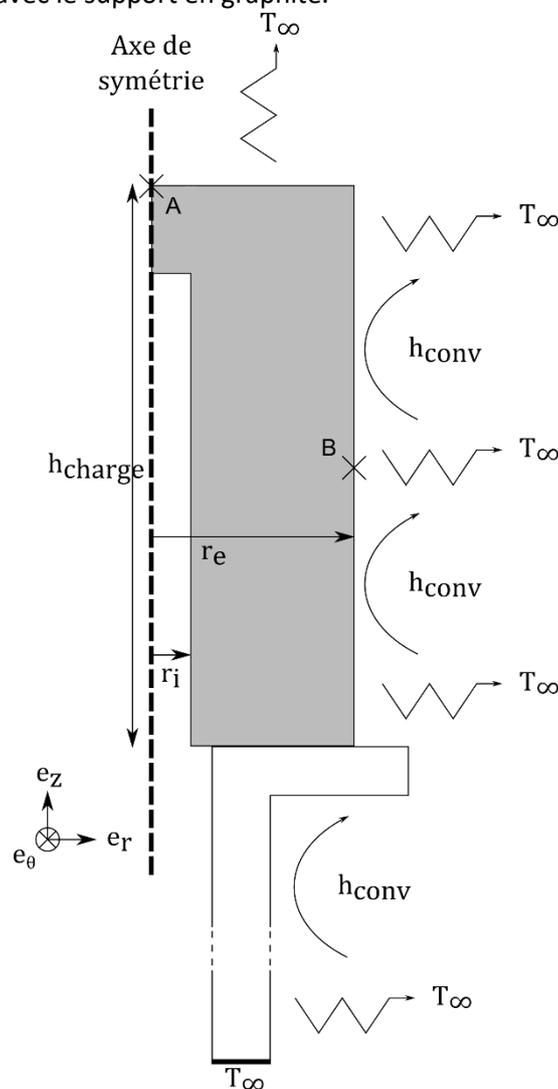


Figure 4.18 : Géométrie et conditions aux limites thermiques pour la configuration avec support.

Avant d'effectuer une analyse de la cartographie thermique de l'ensemble de la géométrie, la température d'équilibre de la charge de tungstène est comparée aux points A et B pour une configuration avec et sans support. La température d'équilibre est représentée en fonction du courant circulant dans l'inducteur dans la figure 4.19.

On note que l'ajout du support entraîne des gradients thermiques plus importants dans la charge de tungstène, et cela d'autant plus que sa température est élevée. L'écart de température entre les points A et B, séparés de 30 mm environ, est de l'ordre de 50 degrés à 1000A. Ceci est en accord avec les gradients thermiques habituellement observés expérimentalement sur l'installation VITI.

L'ajout du support entraîne aussi une diminution de la température d'équilibre, en raison des pertes thermiques au travers du support en graphite refroidi à sa base. L'impact de l'ajout du support sur la température d'équilibre est plus important aux basses températures. Pour une température

d'équilibre de 2000K, la baisse de température due à l'ajout du support est de seulement 150 degrés, alors qu'il est de 600 degrés pour un courant de 300A correspondant à une température de 1100K dans la configuration sans support.

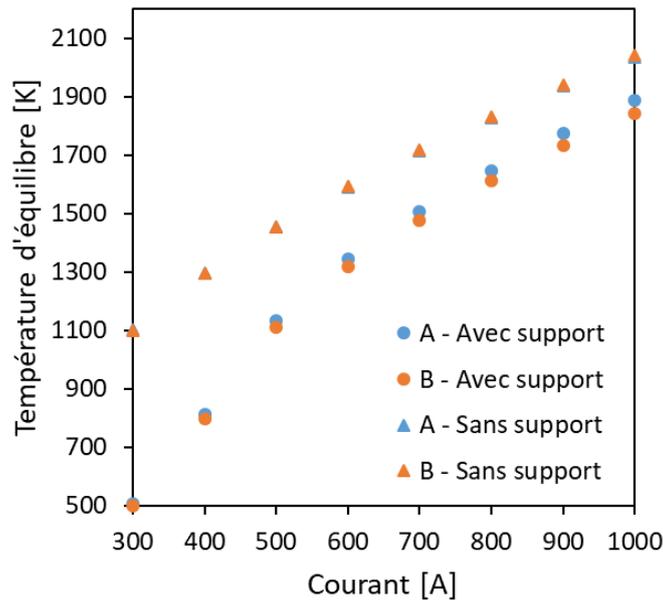


Figure 4.19 : Température d'équilibre aux points A et B pour les configurations avec et sans support en fonction du courant circulant dans l'inducteur.

L'évolution temporelle de la température aux points A et B et pour les configurations avec et sans support est représentée dans la figure 4.20 pour un courant circulant dans l'inducteur de 900A. Les barres verticales correspondent aux temps d'équilibres calculés pour 95% de la température d'équilibre et qui est identique pour les points A et B.

On note que l'ajout du support entraîne logiquement une augmentation du temps d'équilibre passant de 190 à 238s.

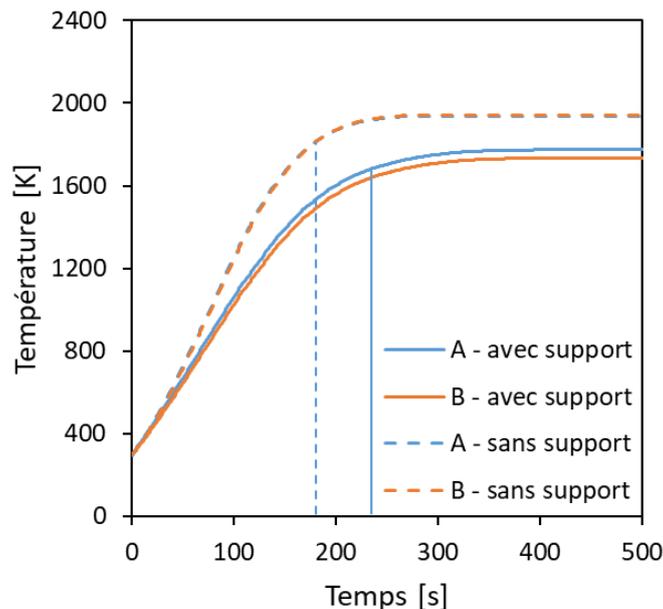


Figure 4.20 : Évolution temporelle de la température aux points A et B pour les configurations avec et sans support calculée pour un courant de 900A.

La cartographie thermique globale de la charge et son support est représentée dans la figure 4.21 sous la forme d'isothermes.

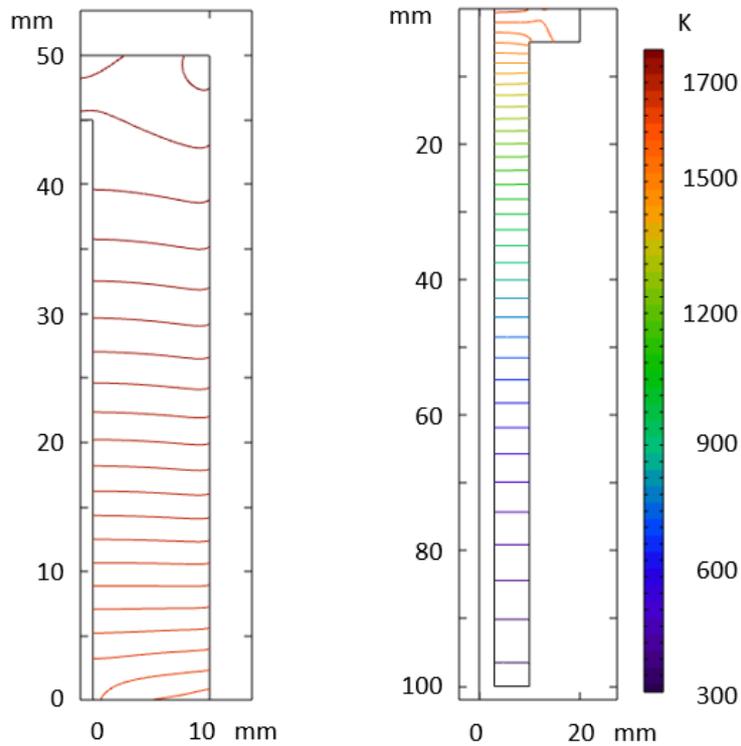


Figure 4.21 : Cartographie thermique de la charge (gauche) et du support (droite).

Cette cartographie thermique montre au travers des isothermes horizontales que le gradient de température est vertical. La zone la plus chaude est située en haut de la charge, tandis que la plus froide est celle au contact du support.

L'écart de température entre la partie supérieure et la partie inférieure de la charge est de l'ordre de 150 degrés pour un courant de 900A correspondant à une température d'équilibre de 1900K environ. Cet écart de température est cohérent avec les écarts communément mesurés expérimentalement sur l'installation VITI. Pour un échantillon de tungstène, un écart de 50 degrés a été mesuré le long de la paroi verticale sur une distance de 20 mm dans la partie haute de l'échantillon. Cette variation le long de l'axe vertical de la charge est représentée dans la figure 4.22.

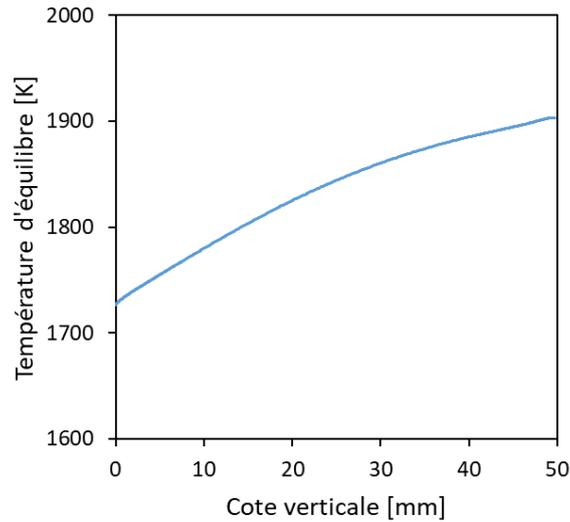


Figure 4.22 : Évolution de la température d'équilibre le long d'un axe vertical pour un courant de 900A.

Deux zones de la figure 4.21 sont étudiées en détail pour visualiser la forme des isothermes et des densités de flux de chaleur. La partie supérieure de la charge est étudiée dans la figure 4.23 et l'interface entre la charge et le support est étudiée dans la figure 4.24.

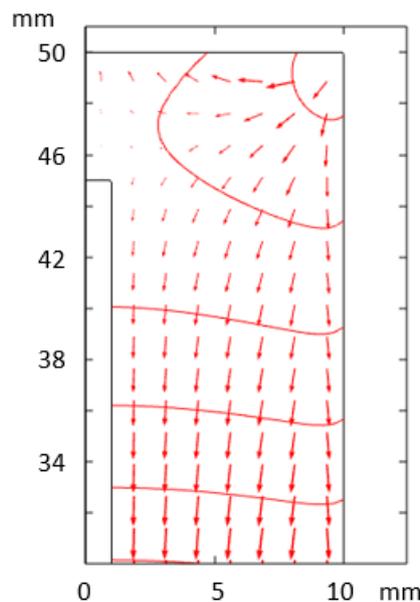


Figure 4.23 : Cartographie thermique du haut de la charge. Isothermes et densités de flux de chaleur.

La figure 4.23 est très similaire à la figure 4.16 avec la présence d'une zone chaude dans le coin supérieure droit. Un zoom sur le coin (non représenté dans la figure) permet de visualiser que les densités de flux de chaleur sont bien orientées vers l'extérieur et présente une continuité au niveau de ce coin, grâce à la présence d'un arrondi. A quelques millimètres du coin, les densités de flux de chaleur deviennent verticales et les isothermes horizontales. Au niveau de la surface latérale, les densités de flux de chaleur sont orientées vers l'extérieur traduisant les pertes thermiques par rayonnement et convection à la surface.

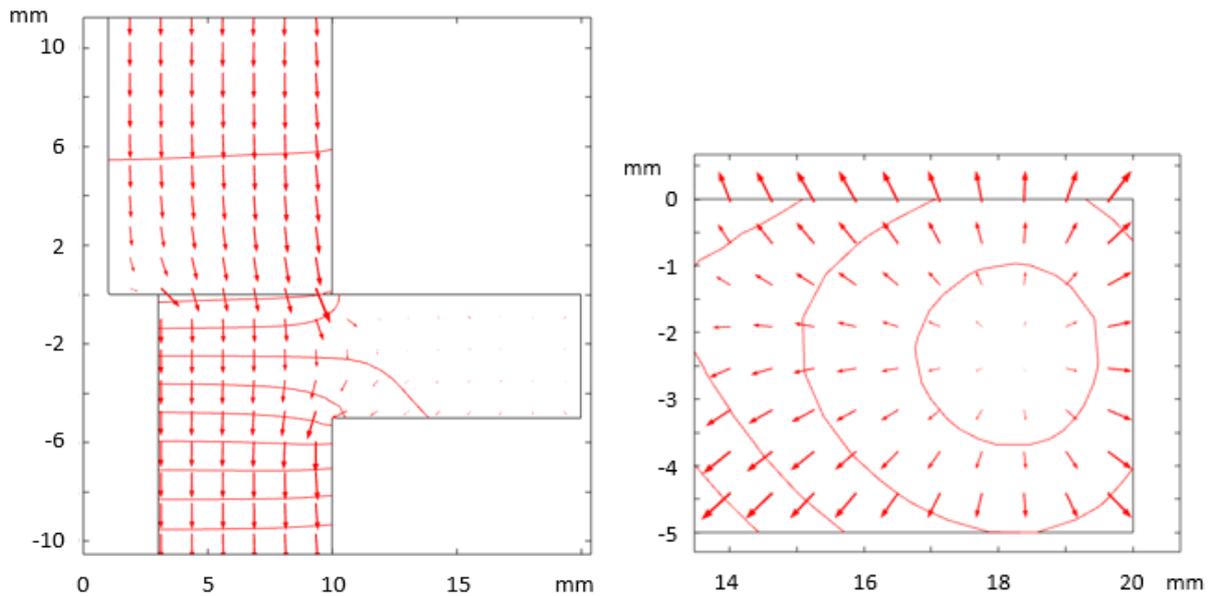


Figure 4.24 : Cartographie thermique à l'interface charge-support (gauche) et zoom sur l'extrémité droite du support (droite). Isothermes et densités de flux de chaleur.

Les densités de flux de chaleur confirment que la présence du support introduit des pertes thermiques orientées vers le bas et expliquant le gradient thermique important à l'échelle de la charge (figure 4.22). L'extrémité droite du support présente des flux thermiques très faibles comparés au reste du support. Cependant, le zoom effectué sur cette partie montre la présence d'isothermes ayant une forme similaire à l'angle supérieure de la charge (voir figure 4.16), là où la densité de courant générée par induction est la plus élevée. On observe bien une continuité de la densité de flux au niveau de l'extrémité du support. En s'éloignant de l'interface charge – support, on peut noter que les densités de flux de chaleur sont verticales et les isothermes horizontales à la fois dans la charge et dans le support.

Les températures déterminées à partir de cette configuration sont ensuite comparées avec celles mesurées expérimentalement sur des charges de tungstène dans l'installation VITI. Cette comparaison a pour but de valider le modèle numérique 2D et les résultats sont présentés dans le paragraphe 3.3 du chapitre 5.

Conclusion

La modélisation thermique des configurations expérimentales utilisées dans l'installation VITI est réalisée à partir d'un modèle électromagnétique et d'un modèle thermique qui sont couplés entre eux, ceci afin de donner une estimation de la température d'équilibre et de déterminer la cartographie thermique du système. La modélisation couplée aux mesures par pyrroreflectométrie permet de déterminer le champ de température à partir de propriétés radiatives, fixées dans le modèle et mesurées expérimentalement avec le pyrroreflectomètre. Le dimensionnement du four peut aussi être envisagé en s'appuyant sur cette modélisation. Cette étude se divise en deux grandes parties au travers d'une modélisation 0D semi-analytique et d'une modélisation 2D numérique à partir de Comsol.

La modélisation semi-analytique est construite à partir d'un modèle électromagnétique décrivant le chauffage électromagnétique d'une charge électroconductrice à partir d'un inducteur traversé par un courant électrique. Ce modèle propose une description analytique de la puissance apportée par effet Joule à la charge et contribuant à son chauffage. Il est alimenté par les propriétés électriques du matériau considéré. La modélisation semi-analytique est aussi construite à partir d'un modèle thermique décrivant l'évolution de la température de la charge considérée au cours du temps en fonction des pertes thermiques et de la puissance apportée par effet Joule, créant un couplage avec le modèle précédent. Le modèle thermique est alimenté par les propriétés thermophysiques du matériau considéré. Le modèle semi-analytique est résolu en 0D à l'aide d'un schéma d'Euler explicite pour le modèle thermique. Cependant, les pertes thermiques ainsi que la puissance déposée par effet Joule sont déterminées en tenant compte de la géométrie de la charge considérée, notamment au travers des surfaces d'échanges.

Une étude de sensibilité est tout d'abord effectuée à partir du modèle 0D sur les propriétés thermophysiques et les paramètres géométriques, afin d'identifier les paramètres ayant une influence prépondérante sur la thermique du système. Cette étude a pour but de prédire les consignes expérimentales d'essais et de dimensionner plus précisément les configurations expérimentales. L'étude de sensibilité montre que l'émissivité est le paramètre physique ayant de loin l'impact le plus grand sur la thermique du système au vu de sa méconnaissance et de sa forte variation d'un échantillon à l'autre. L'émissivité dépend en effet du matériau considéré, mais aussi de la rugosité de sa surface. La variation de l'émissivité selon l'échantillon a un impact significatif à la fois sur la température d'équilibre et le temps d'équilibre. Le rayon de la charge considéré est aussi un paramètre qui va avoir un impact significatif sur la thermique du système. Le choix du rayon de la charge est donc important selon les températures que l'on souhaite atteindre.

Après l'étude de sensibilité, un modèle semi-analytique 0D est développé pour un calcul en couplage faible, avec des propriétés thermophysiques qui ne dépendent pas de la température, et en couplage fort, avec des propriétés thermophysiques qui dépendent de la température. Les résultats montrent un bon accord entre les deux couplages pour une gamme de courant inducteur correspondant à des températures d'équilibre allant de 1000 à 2200K. Le modèle 0D en couplage faible peut donc être utilisé pour déterminer la température d'équilibre, tandis que le modèle en couplage fort est à privilégier pour déterminer l'évolution temporelle avec davantage de précision.

Dans un second temps, un modèle adimensionnel est proposé dans le but de généraliser l'approche en travaillant à partir de nombres adimensionnels. Ce modèle adimensionnel est intégré au modèle semi-analytique en couplage faible et en couplage fort et pourrait par la suite être intégré au modèle Comsol 2D. Cette adimensionnement permet notamment de mettre en évidence l'évolution des pertes thermiques au cours du temps par rapport à la puissance Joule apportée. Pour finir, un module de changement de phase est ajouté au modèle afin de préparer une éventuelle évolution du modèle prenant en compte la fusion du matériau considéré. Ce module de changement de phase est

implémenté dans le modèle semi-analytique en considérant les propriétés thermophysiques du fer. Le module de changement de phase pourrait ensuite être intégré au modèle 2D dont la géométrie serait modifiée avec l'ajout d'un creuset dans lequel serait placée la charge pouvant fondre.

Dans un dernier temps, un modèle 2D axisymétrique est développé avec Comsol afin de déterminer la cartographie thermique du système à partir d'une configuration qui s'approche de la configuration expérimentale. Le modèle électromagnétique est résolu à partir des équations de Maxwell, tandis que le modèle thermique est décrit à partir de l'équation de la chaleur. Les propriétés thermophysiques sont prises dépendantes à la température en considérant le matériau comme du tungstène. Dans un premier temps, la charge de tungstène est modélisée seule et les résultats sont comparés à ceux obtenus avec le modèle 0D. Les résultats montrent un très bon accord entre les deux modèles sur toute la gamme de température allant de 1000 à 2200K avec un écart inférieur à 1,5%. Le bon accord entre les deux modèles se retrouve aussi pour l'évaluation du temps d'équilibre thermodynamique. Dans le modèle 2D, la température est étudiée en deux points, correspondant aux points de mesures expérimentaux, sur la surface supérieure et au centre de la surface latérale. L'écart de température entre ces deux points est limité à quelques degrés en raison de la conductivité thermique très élevée du tungstène. L'étude des isothermes et des densités de flux de chaleur montre une évolution attendue au vu des conditions aux limites imposées dans le modèle, hormis la présence d'un point chaud au niveau du coin supérieur de la charge. Ce point chaud ne remet pas en cause la continuité des densités de flux de chaleur à la surface, mais est dû à une densité de courant plus importante dans le coin.

Afin de se rapprocher des conditions expérimentales, un support en graphite a été ajouté au modèle. En effet, le modèle 0D ne permet pas de considérer un support. Ce support correspond à celui utilisé expérimentalement. La modification de la géométrie du système et des conditions aux limites conduit à une modification de la thermique du système. La température d'équilibre du système est plus faible avec la présence du support et évolue plus lentement vers l'équilibre. L'étude des isothermes et de la densité de flux de chaleur montre la même présence d'un point chaud au coin supérieur de la charge ainsi que sur l'extrémité du support la plus proche de l'inducteur. Les résultats obtenus avec cette configuration, proche de la configuration expérimentale, sont comparés aux résultats expérimentaux dans le chapitre 5 pour validation du modèle 2D développé sur Comsol.

Chapitre 5

Mesures de très hautes températures par pyroréfectométrie

Sommaire

Introduction	123
1 Moyens expérimentaux.....	124
1.1 Description de l'installation VITI et son instrumentation	124
1.2 Description du pyroréfectomètre	126
1.2.1 Schéma général du pyroréfectomètre	126
1.2.2 Évolution du pyroréfectomètre.....	127
1.2.3 Éléments technologiques du pyroréfectomètre	128
1.2.4 Logiciel du pyroréfectomètre	130
1.2.5 Tête optique du pyroréfectomètre	130
2 Procédé expérimental	133
2.1 Configuration expérimentale	133
2.2 Étalonnages du pyroréfectomètre	134
2.2.1 Réglages de la tête optique	134
2.2.2 Étalonnage en température	135
2.2.3 Étalonnage en réflectivité	137
2.3 Préparation et conduite d'essai	138
2.3.1 Préparation du pyroréfectomètre.....	138
2.3.2 Préparation de l'installation VITI.....	138
2.3.3 Conduite d'essai	139
3 Mesures par pyroréfectométrie sur solide.....	139
3.1 Objectifs	139
3.2 Réalisation des mesures et difficultés.....	141
3.2.1 Changement de la nature de la surface	141
3.2.2 Réflectivité élevée	144
3.3 Résultats des mesures pyroréfectométriques sur du tungstène.....	146
4 Mesures par pyroréfectométrie sur liquide	151

4.1	Objectifs	151
4.2	Validation sur des mélanges eutectiques	151
4.2.1	Description des échantillons et de la configuration	151
4.2.2	Mesures préliminaires.....	152
4.2.3	Résultats sur des mélanges eutectiques	154
4.3	Mesure sur un corps pur métallique : le fer.....	157
4.3.1	Description des échantillons et de la configuration	158
4.3.2	Mesures préliminaires.....	158
4.3.3	Résultats sur le fer	159
4.4	Mesure sur un oxyde : l'alumine Al_2O_3	161
4.4.1	Description des échantillons et de la configuration.....	161
4.4.2	Mesures préliminaires.....	162
4.4.3	Résultats sur l'alumine	163
4.5	Mesure sur un alliage métallique : l'acier 18MND5.....	165
4.5.1	Description des échantillons et de la configuration.....	165
4.5.2	Mesures préliminaires.....	165
4.5.3	Résultats sur l'acier 18MND5	168
5	Perspectives.....	170
	Conclusion.....	172

Introduction

Dans ce chapitre sont présentés les résultats expérimentaux obtenus par application de la pyrorélectométrie, adaptée à l'installation VITI de la plateforme accident graves PLINIUS, à des systèmes solides d'une part, pour validation des modèles détaillés au chapitre 4, puis de manière originale à des systèmes liquides d'autre part. Des difficultés, des limitations et des recommandations seront aussi abordées. Afin d'obtenir ces résultats, une instrumentation spécifique a été mise en place et optimisée sur l'installation VITI. La préparation du dispositif est précise et se déroule en plusieurs étapes. De plus, les réglages du pyrorélectomètre représentent l'étape la plus importante, permettant la réalisation de mesures avec une incertitude la plus faible possible (voir chapitre 3). La méthode de la pyrorélectométrie a déjà été validée sur des échantillons solides [25, 56]. Ce chapitre vise à montrer l'évolution des mesures réalisées sur des matériaux solides jusqu'aux mesures effectuées sur des matériaux liquides à très hautes températures. Dans un premier temps, le développement de l'instrumentation dédiée aux mesures des très hautes températures est présenté. Ceci concerne des dispositifs de mesures de températures comme le pyrorélectomètre et des éléments optiques comme la tête optique. Dans un second temps, l'ensemble du processus de réglages des dispositifs instrumentaux, de préparation des essais et de conduite d'essai est détaillé. Ensuite, les résultats obtenus sur des matériaux solides sont présentés et comparés aux résultats de la modélisation 0D et 2D du chapitre 4. Enfin, dans un dernier temps, les résultats originaux des mesures effectuées sur des matériaux liquides sont donnés pour plusieurs matériaux. La démarche d'optimisation des réglages et les difficultés associées à ces mesures sont aussi présentées.

1 Moyens expérimentaux

Les mesures de très hautes températures nécessitent des moyens expérimentaux spécifiques. Il faut pour cela disposer d'un système de chauffage à très hautes températures ainsi que des instruments de mesures de ces très hautes températures et un logiciel de post-traitement des données expérimentales.

1.1 Description de l'installation VITI et son instrumentation

L'installation VITI (Viscosity Temperature Installation) fait partie de la plateforme accidents graves PLINIUS (Platform for Improvements in Nuclear Industry and Utility Safety), dont les autres installations [1] sont décrites dans l'introduction générale.

VITI est un banc d'essai permettant de chauffer à très hautes températures, jusqu'à 3000°C, des petits échantillons, avec une masse atteignant quelques centaines de grammes. Un four à induction alimenté par un générateur de 50kW fonctionnant à une fréquence de 113 kHz permet d'atteindre ce domaine des hautes températures par le biais d'un suscepteur ayant des propriétés électriques adaptées. Un contrôle-commande permet d'accéder à l'ensemble des données, comme le générateur, les gaz, les instruments de mesures, les caméras.

L'enceinte de chauffage est un four modulable grâce à des tapes amovibles permettant d'adapter l'instrumentation en fonction des besoins expérimentaux. L'installation VITI est utilisée pour déterminer des propriétés thermophysiques de matériaux en fonction de la température [3, 5, 77], pour caractériser des interactions entre différents matériaux [7, 34], pour oxyder des matériaux comme du fer liquide ou du zirconium liquide [8] et pour analyser des aérosols produits lors de la chauffe d'un matériau [9]. Des matériaux de l'uranium appauvri et des matériaux standards peuvent être utilisés et étudiés jusqu'à 3000°C avec des rampes de chauffage pouvant être très rapides, jusqu'à plusieurs centaines de degrés par minute. Dans la plupart des configurations utilisées, la température est une grandeur essentielle servant de moyen de pilotage de l'essai et de mesure fondamentale pour l'interprétation des essais. Il s'agit évidemment d'une grandeur primordiale pour des lois paramétriques d'évolution des propriétés thermophysiques, telles que la masse volumique, la tension de surface et la viscosité, en fonction de la température.

La figure 5.1 est une photographie de l'installation VITI avec son four à induction et l'instrumentation associée. L'enceinte de chauffage (1) est un four de 70L refroidi grâce à une circulation d'eau. Un thermocouple est positionné à l'intérieur de la cuve et permet de mesurer la température ambiante lors de la phase de chauffage. L'inducteur (2) au sein duquel les éléments géométriques (3) sont mis en place, est situé au centre de la cuve. Les tapes supérieure (4) et inférieure sont amovibles et disposent de moyens instrumentaux variés, tels que des pyromètres optiques (8). L'appellation « éléments géométriques » se réfère à l'ensemble des pièces nécessaires pour l'essai (creuset, échantillon, suscepteur, support). La tape inférieure dispose d'une table micrométrique réglable manuellement pour ajuster la position verticale de l'ensemble des éléments géométriques par rapport à l'inducteur. Un passage permet aussi de positionner un thermocouple au sein de ces éléments. L'atmosphère de la cuve est contrôlée en gaz (5) et en pression (jusqu'à 1,5 bar absolu). Un oxymètre (6) permet de contrôler l'oxygène résiduel dans la cuve. Différents hublots (7) sont positionnés sur les côtés du four, permettant une vue directe sur les échantillons ainsi que la mise en place des instruments de mesures, comme des pyromètres, et des caméras.

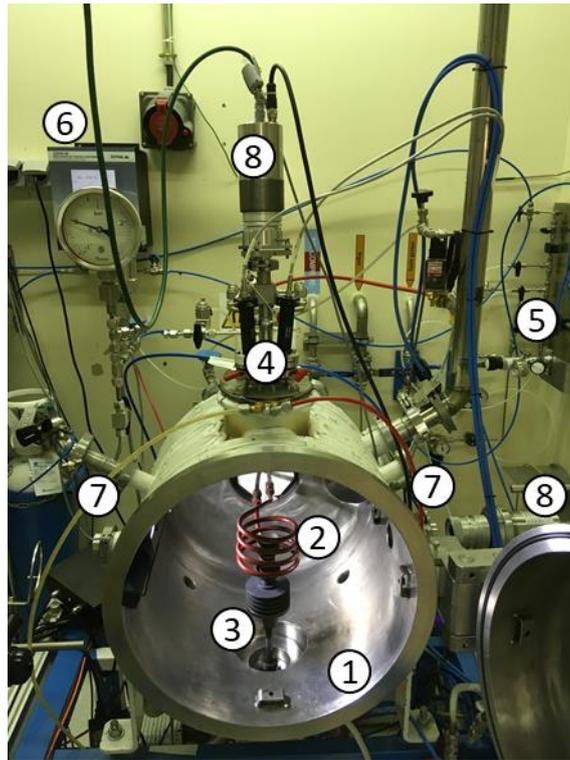


Figure 5.1 : Photographie de l'installation VITI. 1 : Enceinte de confinement. 2 : Inducteur. 3 : éléments géométriques. 4 : Tige supérieure. 5 : Gestion des gaz. 6 : Oxymètre. 7 : Hublots. 8 : Pyromètres optiques.

Différents moyens expérimentaux de mesures des hautes températures sont disponibles sur l'installation VITI, suivant les contraintes thermiques, géométriques et expérimentales. Il est ainsi possible de disposer de thermocouples, de pyromètres optiques monochromatiques et bichromatiques et de caméras thermiques, en plus du pyrroreflectomètre.

Les thermocouples sont constitués de deux alliages métalliques avec deux points de soudure : une « soudure chaude » et une « soudure froide ». La soudure chaude est placée à l'endroit où l'on souhaite déterminer la température, et la soudure froide est placée suffisamment loin de la soudure chaude à une température connue T_{ref} . La différence de température entre ces deux soldes crée une différence de potentiel : c'est l'effet Seebeck. La mesure de la différence de potentiel ΔV peut donc permettre de déterminer la température T de la soudure chaude. Le principe de fonctionnement d'un thermocouple est schématisé dans la figure 5.2.

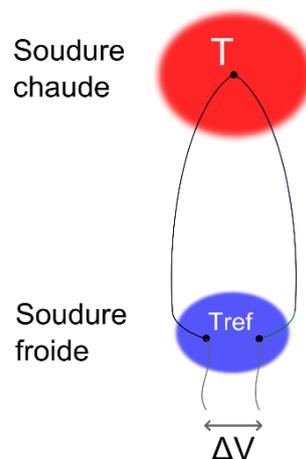


Figure 5.2 : Principe de fonctionnement d'un thermocouple.

La gamme de fonctionnement des thermocouples peut être très large et dépend de la nature des deux alliages métalliques utilisés.

Sur l'installation VITI, deux types de thermocouples sont utilisés pour les « basses températures » et pour les hautes températures :

Des thermocouples de type K sont utilisés pour les mesures jusqu'à 1100°C. Ces thermocouples sont les plus courants et le couple métallique en jeu consiste en un alliage nickel – chrome et un alliage nickel – aluminium. Ce type de thermocouple est utilisé dans VITI pour mesurer la température ambiante au sein de la cuve qui n'excède pas quelques centaines de degrés.

Des thermocouples de type C sont utilisés pour mesurer les très hautes températures (jusqu'à 2300°C en usage ponctuel). Ce type de thermocouple est constitué de deux alliages de tungstène et de rhénium dans des proportions différentes, soit 5 et 26% de rhénium. Dans VITI, ce thermocouple est utilisé sur la tige inférieure, afin de mesurer la température des éléments géométriques placés au centre de la cuve.

Les pyromètres monochromatiques et bichromatiques fonctionnent sur le principe décrit dans le paragraphe 2.3 du chapitre 1. Les pyromètres bichromatiques sont les plus utilisés sur l'installation en raison de leur performance en cas de présence de fumée. En première approximation, les fumées peuvent en effet être considérées comme étant une perturbation grise, c'est-à-dire que leur transmission spectrale est identique pour deux longueurs d'ondes proches. Les pyromètres bichromatiques utilisés (référence PA40 AF 7/C ou 8/C chez Keller) fonctionnent à des longueurs d'onde de 0,95 et 1,05 μm , constituant une gamme de mesure à partir de 850°C et jusqu'à 3000°C environ. De plus, ces pyromètres disposent d'une tête optique permettant un usage entre 200 et 400 mm pour certains (modèle 8/C) et entre 400 mm et l'infini pour d'autres (modèle 7/C). Dans la suite de ce chapitre, la mention de pyromètre fait référence à ce pyromètre bichromatique. Ces pyromètres fournissent aussi un retour vidéo de la zone de mesure avec le spot de visée qui est de l'ordre de quelques millimètres. Or, en pratique, un flux radiatif supplémentaire provient de l'extérieur du champ de visée à cause des aberrations des lentilles ou d'éventuelles réflexions parasites. On définit donc l'effet de taille de source [78] en estimant ce flux radiatif supplémentaire en fonction du diamètre de la source. Expérimentalement, l'effet de taille de source se mesure à l'aide d'un diaphragme à ouverture variable placé devant la source pour en mesurer les effets sur le signal de l'instrument de mesure de la température. La taille du spot de visée déterminée par cette méthode correspond à environ 95% du signal reçu. En pratique, il faut considérer une cible de taille deux à trois fois plus grande pour que les mesures ne soient pas impactées par la taille de la source. Cet effet a été mesuré à 8-9 mm pour le pyromètre bichromatique.

1.2 Description du pyrorélectomètre

L'implémentation du pyrorélectomètre sur l'installation VITI a pour but d'optimiser les mesures de très hautes températures en réduisant les incertitudes de mesures, grâce à la prise en compte des propriétés réfléchissantes de la surface des matériaux considérés.

1.2.1 Schéma général du pyrorélectomètre

Le pyrorélectomètre est composé d'un boîtier, rassemblant tous les composants électroniques, relié à deux têtes optiques à l'aide de deux fibres optiques comme indiqué sur le schéma de la figure 5.3. Le pyrorélectomètre fonctionne à deux longueurs d'ondes, 1,3 et 1,55 μm , déterminées historiquement par la disponibilité des composants électroniques dans le proche infrarouge et pour des mesures autour de 1000°C.

Le signal laser (1) est émis depuis le boîtier (10) du pyroréfectomètre dans une fibre optique (2) et jusqu'à la tête optique d'émission laser (3). Le faisceau laser (4) est dirigé vers la surface de l'échantillon (5) avec un angle d'incidence défini lors des réglages, puis réfléchi vers la tête optique (7) de réception du signal d'émission thermique et de réflexion laser (6) avec un angle de réflexion identique à l'angle d'incidence. Ces deux têtes optiques ont été étudiées en détail dans le paragraphe 1.2.5. Le signal d'émission thermique et de réflexion laser passe à travers la deuxième fibre optique (8) jusqu'au port de connexion du boîtier associé à la réception du signal (9). Les signaux S émis et reçus sont ensuite comparés et post-traités à l'aide d'un logiciel de post-traitement interne (11) permettant de déterminer les températures monochromatiques T_λ , les réflectivités spectrales ρ_λ et la température pyroréfectométrique T^* . Le pyroréfectomètre est connecté à un ordinateur permettant d'accéder au logiciel de supervision et de post-traitement, afin d'effectuer tous les réglages nécessaires et de traiter l'ensemble des données récupérées lors des mesures.

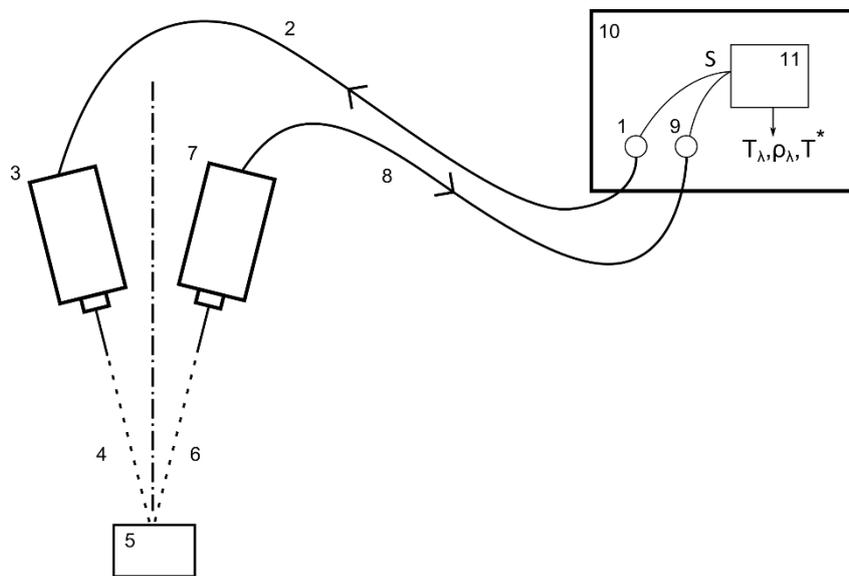


Figure 5.3 : Description schématique du pyroréfectomètre. 1 : Émission laser. 2 : Fibre optique pour l'émission laser. 3 : Tubes et lentilles de la tête optique d'émission laser. 4 : Signal laser. 5 : Échantillon. 6 : Signal d'émission thermique et de réflexion laser. 7 : Tubes et lentilles de la tête optique de réception. 8 : Fibre optique pour la réception du signal thermique et réfléchi. 9 : Réception du signal. 10 : Boîtier du pyroréfectomètre. 11 : Logiciel de post-traitement.

1.2.2 Évolution du pyroréfectomètre

Le pyroréfectomètre a été développé au laboratoire PROMES du CNRS au four solaire d'Odeillo [54]. Dans un premier temps, un pyroréfectomètre du laboratoire PROMES a été prêté pour être implémenté sur l'installation VITI en attendant la construction d'un deuxième plus adapté à partir d'un cahier des charges défini en collaboration avec PROMES, tenant compte des contraintes de températures (1500 à 2500°C) et de réflectivités (matériaux diffusant ou spéculaire) pour les matériaux étudiés dans ce travail, comme des métaux ou des oxydes liquides. La figure 5.4 présente les visuels des boîtiers de ces deux pyroréfectomètres, renfermant l'ensemble des éléments optiques et électroniques.

Ce nouveau pyroréfectomètre a été conçu par le laboratoire PROMES avec la possibilité, d'effectuer un pilotage en température, de simplifier la mesure et les réglages et d'être facilement réparable. Le pyroréfectomètre de prêt fonctionnait avec des fibres optiques de 100 et 200 μm pour l'émission laser et la réception du signal thermique et réfléchi. L'utilisation de ces fibres optiques limitait le domaine

d'application pour les mesures à hautes températures à cause de la saturation des photodiodes. Un étalonnage sur un corps noir a mis en évidence que la température maximale d'utilisation est de 2000°C. Pour un corps réel d'émissivité moindre, la température maximale peut être supérieure et jusqu'à 2500°C. Cependant, le retour d'expérience montre qu'il est nécessaire de disposer d'une marge suffisante dans le cas de mesures à très hautes températures sur un matériau très réflecteur pour éviter la saturation des photodiodes. En effet, la somme du signal thermique et du signal réfléchi doit être inférieure à 10V (limitation de l'électronique de mesure) pour ne pas saturer le détecteur.

Afin d'avoir un pyrorélectomètre pouvant fonctionner jusqu'à 2500°C sur des matériaux réflecteurs, les fibres optiques ainsi que tous les composants optiques présents au sein du boîtier ont donc été changées par le laboratoire PROMES. Des fibres optiques de 64 μm de diamètre de cœur ont été choisies. L'étalonnage effectué sur un corps noir a montré qu'il est possible d'effectuer des mesures jusqu'à 2500°C y compris pour des matériaux réflecteurs. En effet, l'étalonnage sur un corps noir a montré que le signal reçu est de 5V à 2500°C, alors qu'il était de 10V à 2000°C pour le premier pyrorélectomètre.

Une nouvelle fonctionnalité a également été intégrée à ce nouveau pyrorélectomètre afin de récupérer une partie du signal laser émis et le comparer à celui réfléchi, en vue d'effectuer des analyses de surfaces liquides et éventuellement déterminer des propriétés surfaciques (voir les perspectives de thèse présentées à la fin de la conclusion).



Figure 5.4 : Pyrorélectomètre développé par le laboratoire PROMES. Première version (gauche) et deuxième version (droite).

1.2.3 Éléments technologiques du pyrorélectomètre

Le boîtier du pyrorélectomètre est composé de plusieurs éléments optiques et électroniques. La figure 5.5 détaille certains composants optiques utilisés permettant la génération et la mesure des différents signaux nécessaires à la détermination des températures et des réflectivités.

On peut distinguer trois modules : le module d'émission laser (A), le module de réception du signal (B) et le module de post-traitement (C).

Le signal laser est émis à travers le port de connexion (1) aux deux longueurs d'ondes du pyrorélectomètre. L'émission du signal laser est réalisée à partir de deux photodiodes (3) dont on récupère le signal S^{PD} aux deux longueurs d'ondes. Le signal correspondant à l'émission thermique et la réflexion du laser est réceptionnée au niveau du port de connexion (2). Ce signal passe à travers une lentille (4) puis un séparateur à miroir dichroïque (5) pour séparer le signal en deux. Une partie de ce signal passe à travers un filtre interférentiel (7) centré sur chacune des deux longueurs d'ondes, puis une lentille (8). L'autre partie du signal est réfléchi sur un miroir plan (6), puis passe à travers un filtre

interférentiel (7) centré sur la deuxième longueur d'onde et une lentille (7). Enfin, deux photodiodes (9) permettent de convertir le signal lumineux en un signal électronique correspondant aux deux longueurs d'ondes. Un interrupteur (10) coordonné à la pulsation des diodes laser permet d'obtenir séparément tous les signaux nécessaires, soit S^E et S^{E+R} aux deux longueurs d'ondes $\lambda_r = 1,55 \mu m$ et $\lambda_b = 1,3 \mu m$.

L'ensemble des signaux est synchronisé grâce à une horloge pour réaliser le post-traitement des signaux dans le module (C), selon la procédure complète détaillée au chapitre 2.

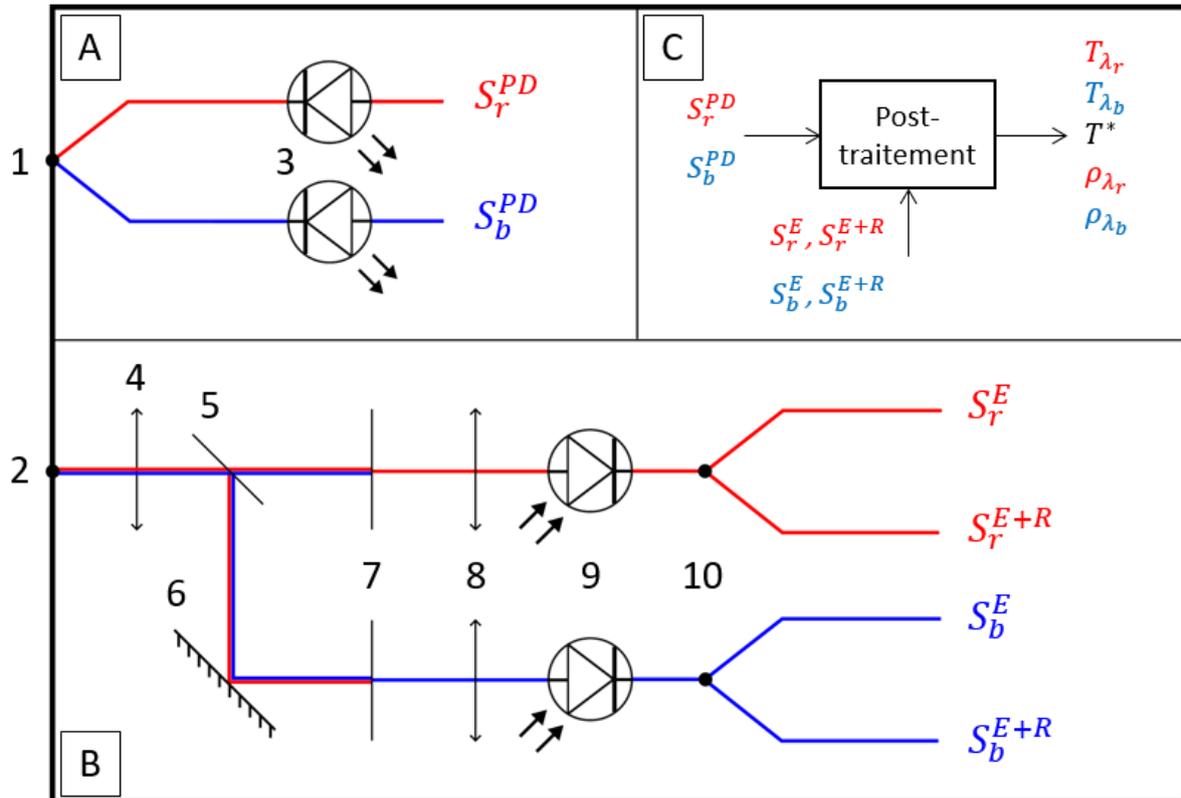


Figure 5.5 : A : Module d'émission laser. B : Module de réception. C : Module de post-traitement. 1 : Port de connexion pour l'émission laser. 2 : Port de connexion pour la réception du signal. 3 : Photodiodes à λ_r et λ_b . 4 : Lentille. 5 : Séparateur à miroir dichroïque. 6 : Miroir plan. 7 : Filtrés interférentiels centrés à λ_r et λ_b . 8 : Lentilles. 9 : Photodiodes à λ_r et λ_b . 10 : Interrupteurs.

Le module de réception (B) intègre une pyrométrie bichromatique donnant accès à une température bichromatique T_c .

Les deux diodes laser (3) sont utilisées pour déterminer la réflectivité de la surface considérée. Les diodes émettent un signal laser aux deux longueurs d'ondes du pyrroreflectomètre avec une puissance ajustable selon la réflectivité de la surface. Ces diodes sont des diodes laser pulsées afin de distinguer par la suite le signal lié à l'émission thermique du signal lié à la réflexion. Les diodes laser émettent un signal centré à $1,3 \mu m$ et $1,52 \mu m$ et une bande passante de $0,012 \mu m$.

Les filtres monochromatiques (7) permettent de filtrer le signal thermique émis par l'échantillon autour des longueurs d'ondes des rayons laser. Ces deux filtres sont donc centrés sur les longueurs d'onde de $1,3 \mu m$ et $1,52 \mu m$ avec une bande passante de $0,05 \mu m$. La bande passante des filtres doit être suffisamment étroite pour considérer le signal comme monochromatique, mais suffisamment large pour ne pas diminuer le rapport signal sur bruit.

Le signal d'émission thermique et de réflexion du laser est détecté à l'aide de deux photodiodes (9). Les photodiodes sont sensibles à un rayonnement électromagnétique qui va créer des paires électro-

trous au sein du semi-conducteur, conduisant à la création d'un courant électrique, proportionnel à la luminance spectrale reçue.

1.2.4 Logiciel du pyrorélectomètre

Le logiciel permet d'effectuer les réglages du pyrorélectomètre et de convertir les signaux délivrés par les photodiodes et les diodes laser en température et réflectivité. La procédure complète de post-traitement est détaillée au chapitre 2.

Plusieurs modules sont présents dans le logiciel et résumés dans le schéma de la figure 5.6.

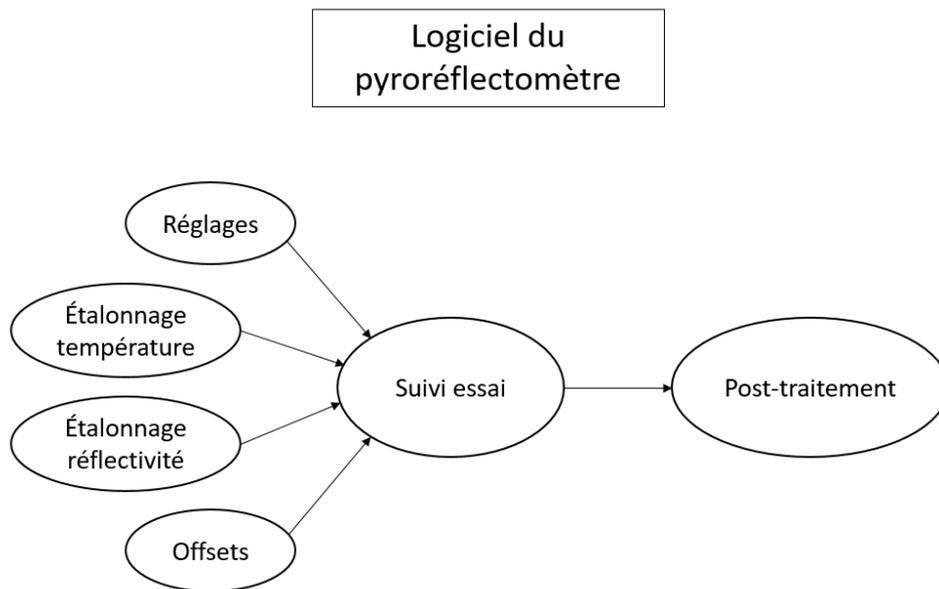


Figure 5.6 : Description schématique du logiciel du pyrorélectomètre.

Le module de réglage permet de fixer dans un premier temps les caractéristiques générales : la puissance des diodes laser et la fréquence d'acquisition. Dans un second module, l'étalonnage en température peut être réalisé afin d'établir l'équivalence entre les signaux mesurés et la température d'un système de référence (voir paragraphe 3.1 du chapitre 1). De façon similaire, un module permet d'effectuer l'étalonnage en réflectivité (voir paragraphe 3.1 du chapitre 2). Un module propre est dédié à la mesure des offsets. Toutes les étapes précédentes sont réalisées systématiquement avant chaque essai, sauf pour l'étalonnage en température. Puis, un module permet de suivre l'évolution des températures et des réflectivités au cours d'un essai grâce à des graphiques mobiles et des affichages numériques. Enfin, un dernier module est utilisé après essai afin de convertir les données enregistrées dans un format exploitable.

Un script séparé a aussi été réalisé, en complément de l'outil précédent, en suivant le modèle décrit dans le chapitre 2. Ce script permet de déterminer les températures monochromatiques, bichromatique et pyrorélectométrique, ainsi que les réflectivités spectrales à partir des mesures en tension obtenues. Ce script intègre aussi l'évaluation des incertitudes de mesures détaillée dans le chapitre 3.

1.2.5 Tête optique du pyrorélectomètre

La tête optique du pyrorélectomètre est composée des éléments optiques connectés aux fibres optiques qui sortent du boîtier du pyrorélectomètre, décrit dans la figure 5.3. La tête optique est

composée de deux blocs dédiés à l'émission du signal laser et la réception du signal thermique et réfléchi, comme schématisé figure 5.7.

Le signal laser provient du pyroréfectomètre à travers la fibre optique (1), connectée sur le premier bloc d'émission laser (3). Ce bloc (3) est fixé sur une plaque (5) positionnée sur ressorts et maintenue à l'aide de trois vis à 120°. La position de la fibre est réglable à l'aide de vis de réglages (2), selon deux axes du plan normal à la fibre optique. Un système à double lentilles (4) est installé à l'intérieur du bloc d'émission laser. La distance inter-lentilles est réglable ainsi que la distance avec le connecteur de fibre optique. Le signal laser est ensuite émis dans la direction souhaitée selon un angle d'incidence γ et avec une taille de spot bien choisie. Après réflexion sur l'échantillon considéré, le signal laser est réfléchi en direction du deuxième bloc dédié à la réception du signal (8) et selon l'angle de réflexion γ , identique à l'angle d'incidence. Comme pour le bloc (3), le bloc (8) est fixé sur une plaque (6) positionnée sur ressorts et maintenue avec trois vis à 120°. Le signal réfléchi est superposé au signal d'émission thermique. Un système à double lentilles (7) est aussi mis en place afin de régler la taille du spot de visée. La fibre optique (10) est celle dédiée à la réception du signal thermique et réfléchi. Cette fibre est connectée au bloc de réception à l'aide du connecteur (9) réglable selon deux axes dans le plan normal à la fibre optique.

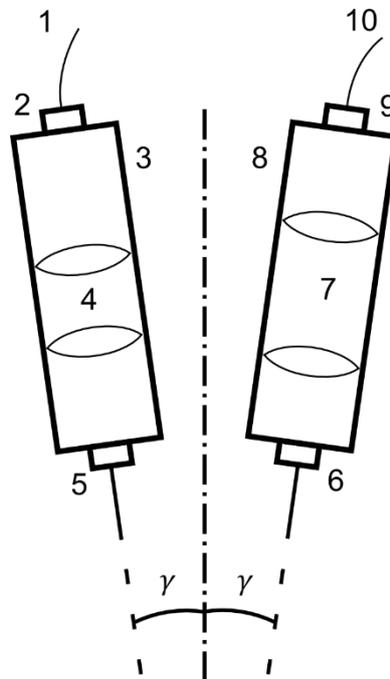


Figure 5.7 : Description schématique de la tête optique du pyroréfectomètre. 1 : Fibre optique d'émission laser. 2 : Connecteur réglable pour la fibre optique d'émission laser. 3 : Bloc d'émission laser. 4 : Système à double lentilles pour l'émission laser. 5 : Support d'orientation du bloc d'émission laser. 6 : Support d'orientation du bloc de réflexion laser. 7 : Système à double lentilles pour la réception du signal thermique et réfléchi. 8 : Bloc de réception du signal. 9 : Connecteur réglable pour la fibre optique de réception. 10 : Fibre optique de réception du signal thermique et réfléchi.

La tête optique permet de régler la taille du spot de visée du pyroréfectomètre à la distance à laquelle l'échantillon est positionné.

La taille du spot de visée, aux longueurs d'ondes du pyroréfectomètre, est réglée en jouant sur la distance inter-lentilles, la distance lentille-fibre et la position de la fibre. L'objectif recherché est d'avoir une taille de spot de l'ordre de 2 à 5 mm en vérifiant que le spot de réception est plus grand que le

spot d'émission laser afin de maximiser le signal réfléchi. Cette taille de spot a été choisie en fonction des dimensions typiques des échantillons considérés au sein de l'installation VITI. L'orientation des deux blocs fixés sur ressorts permet de régler l'angle γ de telle sorte qu'il soit identique pour le bloc d'émission laser et le bloc de réception, ceci afin d'améliorer la détection du signal laser réfléchi. Tout au long de ce travail, la tête optique a évolué afin de faciliter et d'optimiser les réglages sur le dispositif expérimental. Le premier dispositif était constitué de tubes filetés où les lentilles étaient positionnées à l'aide d'anneaux de maintien. Ce dispositif était relativement précis mais complexe à régler. Le deuxième dispositif était identique au premier mais avec des tubes filetés ouverts sur les côtés permettant ainsi un ajustement de la position des lentilles par rotation sans devoir sortir le premier anneau de maintien et la lentille. Ce dispositif était aussi précis que le premier et son réglage était simplifié, mais restait trop complexe pour disposer d'une tête optique optimisée ni suffisamment robuste pour être déployé in situ. Le troisième dispositif consiste en un système de deux supports de lentilles indépendants et pouvant coulisser l'un par rapport à l'autre à l'aide de quatre tiges. L'avantage de ce système est sa grande rapidité de réglage par rapport au deux premiers sans négliger sa précision. De plus le système de fixation des supports de lentilles est plus robuste, évitant tout dérèglement de la tête optique. La figure 5.8 présente les trois dispositifs avec la description de chaque élément suivant la numérotation de la figure 5.7.

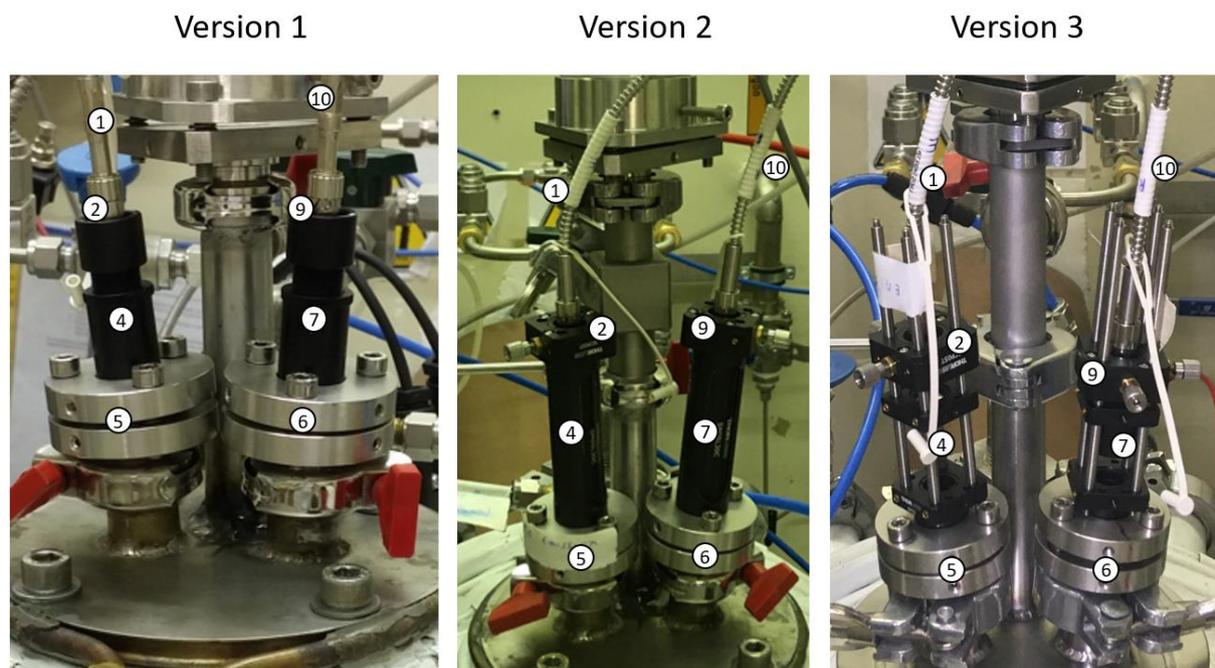


Figure 5.8 : Photo des trois versions de la tête optique. 1 : Fibre optique d'émission laser. 2 : Connecteur réglable pour la fibre optique d'émission laser. 4 : Système à double lentilles pour l'émission laser. 5 : Support d'orientation du bloc d'émission laser. 6 : Support d'orientation du bloc de réflexion laser. 7 : Système à double lentilles pour la réception du signal thermique et réfléchi. 9 : Connecteur réglable pour la fibre optique de réception. 10 : Fibre optique de réception du signal thermique et réfléchi.

Le troisième dispositif de la figure 5.8 est le système qui a été retenu pour les mesures par pyrorélectométrie.

2 Procédé expérimental

Les essais expérimentaux sont réalisés sur la base d'un montage type et à partir d'un protocole défini par plusieurs paramètres, décrits dans cette section. Le réglage complet de la tête optique est détaillé, ainsi que la description de l'étalonnage en température et son optimisation.

2.1 Configuration expérimentale

La figure 5.1 précédemment exposée décrit l'installation VITI de manière générale. Dans ce paragraphe, la configuration expérimentale spécifique de la chambre haute température est détaillée et schématisée dans la figure 5.9. Les éléments géométriques sont placés au centre de l'inducteur (1) alimenté en courant par le générateur d'induction haute fréquence. Dans un premier temps, le support (6) en graphite et les ailettes de refroidissement sont mis en place. Le support est fixé sur une pièce en acier refroidie par une circulation d'eau. Ensuite, l'échantillon (2) est positionné dans le creuset (3), qui est posé sur le support (6). Le creuset est en céramique ou en tungstène selon la nature du matériau de l'échantillon. Dans le cas d'un échantillon n'étant pas amené à fondre, le creuset est absent. Un éventuel suscepteur (4) est posé sur le support (6) et autour du creuset (3) si un chauffage indirect est recherché, par rayonnement du suscepteur vers l'échantillon. Des courants de Foucault sont générés par l'intermédiaire de l'inducteur dans le suscepteur en graphite dense ce qui contribue à son échauffement et au chauffage par rayonnement de l'échantillon. Un éventuel isolant thermique (5) est placé autour du suscepteur afin de minimiser les pertes thermiques côté paroi externe et de maximiser la température au sein de l'échantillon. Le suscepteur et l'isolant thermique ne présentent aucune fenêtre de visée afin que la température soit la plus homogène possible dans l'échantillon. La mesure de température est donc effectuée directement à la surface libre de l'échantillon par le dessus, grâce au pyroréfectomètre et au pyromètre bichromatique. De plus, le pyromètre dispose d'un retour vidéo permettant d'avoir un visuel de la surface de l'échantillon. L'évolution de l'aspect de sa surface est donc observable et notamment la transition de phase solide – liquide.

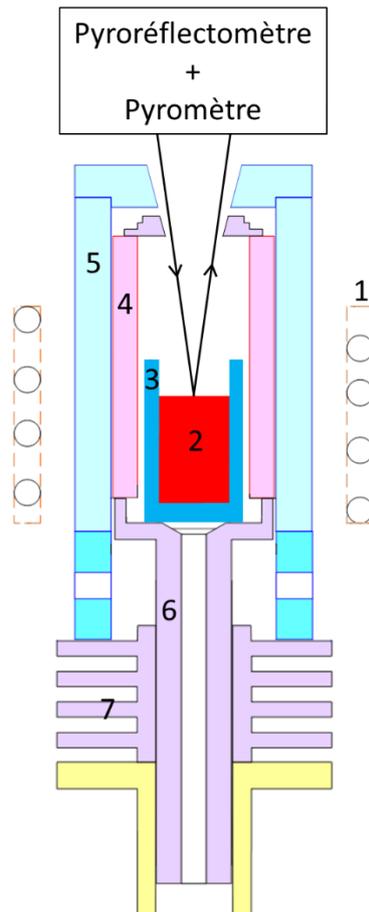


Figure 5.9 : Schéma de la configuration expérimentale de la chambre haute température. 1 : Inducteur. 2 : Échantillon. 3 : Creuset. 4 : Suscepteur. 5 : Isolant thermique. 6 : Support. 7 : Ailettes de refroidissement.

2.2 Étalonnages du pyroréfectomètre

Le pyroréfectomètre est étalonné en température et en réflectivité selon la méthode décrite dans les paragraphes 2.1 et 3.1 du chapitre 2. L'étalonnage en température est effectué sur des points de référence en température, et l'étalonnage en réflectivité est effectué sur une surface de référence en réflectivité. Avant étalonnage, la tête optique du pyroréfectomètre est réglée pour une distance de travail et une taille de spot définie.

2.2.1 Réglages de la tête optique

La tête optique est décrite dans le paragraphe 1.2.5 avec notamment les différentes possibilités de réglages. Ce paragraphe s'intéresse au protocole de réglage de la tête optique pour sa troisième version uniquement.

L'objectif est de régler la tête optique de telle sorte que le spot de visée soit de l'ordre de quelques millimètres à la distance de travail. Le spot de visée de la partie d'émission laser doit être inférieur à celui de la réception du signal afin de maximiser le signal de réflexion laser.

Les dimensions de la chambre haute température VITI fixent la distance de travail à 300 mm environ. Celle-ci est ajustée précisément tout au long du réglage. La tête optique est réglée (voir figure 5.10) pour avoir un spot de visée de 2mm environ. La description qui suit est valable pour le bloc d'émission laser et le bloc de réception du signal thermique et réfléchi.



Figure 5.10 : Réglage de la tête optique (2) du pyroréfectomètre (3) devant un corps noir à diaphragme réglable (1) du laboratoire PROMES.

La première lentille est placée approximativement sur son support à la distance désirée de l'échantillon. La deuxième lentille est ensuite ajustée pour minimiser la taille du spot de visée, soit en maximisant le signal reçu. Pour gagner en précision, la position de la fibre optique est aussi ajustée en alternant avec le réglage de la deuxième lentille. Ce réglage est effectué idéalement devant un corps noir avec un diaphragme réglable, permettant la mesure du spot de visée et la maximisation du signal. Il est impératif d'effectuer ce réglage avec les lasers infrarouges, même si un pré-réglage peut être effectué à l'aide d'un laser visible. Une carte de visualisation du signal infrarouge constitue une aide dans le réglage des signaux lasers. Lors du réglage de la tête optique et la taille du spot de visée, il faut considérer l'effet de taille de source (voir paragraphe 1.1).

Lorsque les deux blocs de la tête optique sont réglés, il faut ajuster leur orientation de telle sorte que l'angle γ de la figure 5.7 soit identique pour les deux blocs. Ce réglage peut être effectué à l'aide d'un miroir plan pour vérifier que la réflexion laser, suivant les lois de Snell-Descartes, se produit bien dans l'axe de la tête optique de réception.

Le pyroréfectomètre a été réglé avec une tête optique ayant un spot de visée de 2 mm environ. La même méthode a été appliquée pour le pyromètre bichromatique commercial et a permis de mettre en évidence que le spot de visée est plutôt de l'ordre de 8 à 9 mm.

2.2.2 Etalonnage en température

L'étalonnage en température permet d'établir l'équivalence entre le signal thermique mesuré et la température. Cet étalonnage doit être réalisé sur un système dont la température est connue avec précision. Plusieurs dispositifs métrologiques sont explicités dans le paragraphe 3.1 du chapitre 1. Dans

le cadre de ce travail, l'étalonnage en température a été effectué dans un premier temps sur un corps noir du laboratoire PROMES (voir figure 5.11).

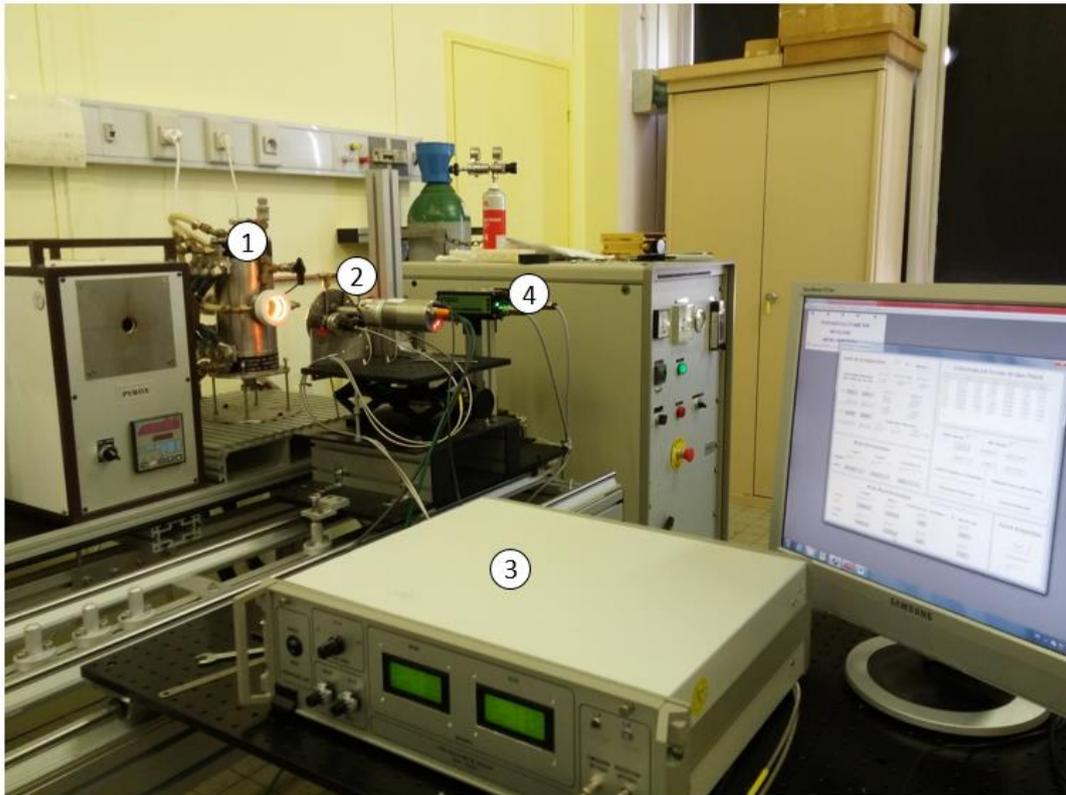


Figure 5.11 : Étalonnage du pyrorélectomètre (3) avec sa tête optique (2) sur un corps noir haute température (1) du laboratoire PROMES à l'aide d'un pyromètre monochromatique étalon (4).

L'étalonnage est effectué sur un corps noir haute température (jusqu'à 2500°C), dont la température est déterminée à l'aide d'un pyromètre monochromatique étalon. Le pyromètre est calibré avec une précision de $1K + 0,3\% \cdot T[K]$ jusqu'à 1500°C et $0,5\% \cdot T[K]$ au-delà, conduisant à des incertitudes comprises entre 5 et 12 K pour des températures allant de 1500 à 2750 K. Une fois le corps noir stabilisé en température, le signal thermique est moyenné sur une dizaine de secondes et enregistré. Ceci a été effectué pour treize points de température entre 1500 et 2750 K. L'incertitude liée à l'étalonnage en température est de l'ordre de 8K dans la gamme d'étalonnage. Une analyse des différents termes d'incertitudes, selon la méthode développée dans le chapitre 3, a montré que ce terme était significatif. Un autre moyen d'étalonnage a donc été recherché afin de réduire l'incertitude sur la température du système de référence et donc l'incertitude totale sur la mesure de la température. Pour cela, une série de trois cellules eutectiques a été sélectionnée : Co-C (1597K), Ru-C (2226K), Re-C (2748K). Ces cellules ont l'avantage d'être éprouvées [20, 32, 33, 34], de couvrir toute la gamme d'intérêt en température et permettent d'envisager une incertitude de 1K sur la température de référence, correspondant à la transition de phase solide-liquide pour ces cellules. Ceci permet de réduire l'incertitude due à l'étalonnage en température à 2K environ, comme indiqué dans la figure 5.12. L'étalonnage en température nécessite une vitesse de chauffe de 25°C par minute maximum. La durée du palier de fusion, de l'ordre d'une à deux minutes, permet d'effectuer l'étalonnage en enregistrant le signal moyenné sur quelques dizaines de secondes.

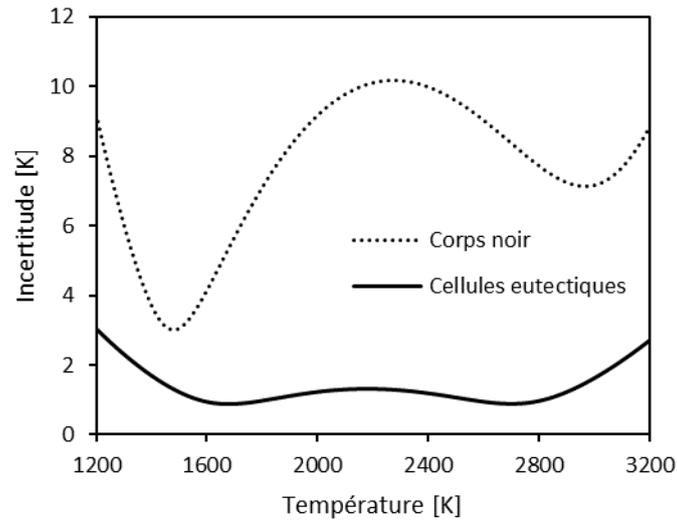


Figure 5.12 : Comparaison de l'incertitude due à l'étalonnage en température pour des étalonnages effectués sur un corps noir et sur des cellules eutectiques.

On peut noter que l'incertitude sur la température est très inférieure dans le cas d'un étalonnage sur des cellules eutectiques même si cet étalonnage ne dispose que de trois points, comparé à treize pour l'étalonnage sur le corps noir. L'incertitude extrapolée hors des limites d'étalonnage augmente rapidement, tandis que l'incertitude interpolée dans la gamme d'étalonnage est limitée à 2K pour les cellules eutectiques et 10K pour le corps noir. La variation de l'incertitude dans la gamme d'étalonnage est expliquée dans l'annexe D.2.

2.2.3 Etalonnage en réflectivité

L'étalonnage en réflectivité permet d'établir l'équivalence entre le signal réfléchi et la réflectivité. Cet étalonnage doit être réalisé sur un système dont la réflectivité est connue avec précision. La procédure d'étalonnage en trois étapes est décrite au paragraphe 3.1 du chapitre 2. La surface de référence en réflectivité utilisée présente une fonction de distribution Lambertienne des réflectivités selon l'équation suivante :

$$\rho^{\perp,\Omega}(T, \lambda) = \int_{\Omega} \rho^{\perp,\perp}(T, \lambda) \cos^3 \theta \, d\Omega = 2,513 \cdot \rho^{\perp,\perp}(T, \lambda), \quad (5.1)$$

avec $\rho^{\perp,\Omega}$ la réflectivité directionnelle hémisphérique, $\rho^{\perp,\perp}$ la réflectivité bidirectionnelle et θ la direction de la réflexion selon l'angle solide $d\Omega$.

Lors de l'étalonnage en réflectivité, il est possible de régler à nouveau l'orientation du bloc de la tête optique d'émission laser afin de maximiser le signal reçu sur la surface de référence en réflectivité. Il faut veiller à ne pas modifier l'orientation du bloc de réception. Il est toujours possible de vérifier que la réflexion sur un miroir plan se fait bien dans l'axe du bloc de réception du signal. Cet étalonnage sur la surface de référence est à réaliser avant chaque essai, contrairement à l'étalonnage en température, et est suivi des deux étapes d'étalonnage sur le matériau considéré afin d'établir une corrélation entre le signal de réflectivité, la réflectivité de référence et celle du matériau dans les conditions expérimentales. Cette dernière étape permet de s'assurer que le signal de réflexion ne sature pas le détecteur, ce qui peut être le cas pour des matériaux métalliques avec surface brillante. L'étalonnage en réflectivité est l'étape cruciale lors de la préparation d'un essai, nécessitant un réglage très fin de l'orientation de la tête optique ainsi que de la distance de travail entre l'échantillon et la tête optique.

2.3 Préparation et conduite d'essai

Dans ce paragraphe, on considère que le pyrorélectomètre a déjà été étalonné en température. Les différentes étapes indispensables à la préparation d'un essai sont explicitées et la conduite typique d'un essai est détaillée incluant le protocole expérimental.

2.3.1 Préparation du pyrorélectomètre

Avant chaque essai plusieurs réglages s'avèrent indispensables pour préparer le pyrorélectomètre. Tout d'abord, il doit être mis en marche au moins quinze minutes avant utilisation afin que les diodes lasers aient le temps de se stabiliser. Les tensions à vide, appelées offsets, du pyrorélectomètre sont mesurées avec et sans les lasers puis seront soustraites aux mesures effectuées par la suite.

Avant d'effectuer l'étalonnage en réflectivité, on peut s'assurer que le signal en réflectivité sur l'échantillon ne sera ni trop faible pour être détecté ni trop élevé pour éviter de saturer les photodiodes. En fonction de cette vérification, la tension des diodes laser peut être ajustée pour les deux longueurs d'ondes.

L'étalonnage en réflectivité peut ensuite être réalisé en suivant les trois étapes décrites au paragraphe 3.1 du chapitre 2 et les réglages décrits dans le paragraphe 2.2.3. Pendant la mise en place des éléments géométriques supplémentaires (suscepteur, isolant thermique), il faut s'assurer que ceux-ci ne viennent pas perturber les mesures de réflectivité, en interceptant le rayon laser émis.

2.3.2 Préparation de l'installation VITI

Dans un premier temps, certains éléments géométriques, comme le support et les ailettes de refroidissement, sont positionnés au sein de la cuve de VITI. Puis les autres éléments sont mis en place en parallèle de la réalisation de l'étalonnage en réflectivité du pyrorélectomètre. Ceux-ci sont installés en suivant la configuration détaillée dans la figure 5.9. Lorsque tous les éléments sont en place et le pyrorélectomètre réglé, on peut procéder au réglage des pyromètres bichromatiques. Il est nécessaire de régler leur visée ainsi que leur focalisation pour le retour vidéo. Dans certains cas, il est possible de positionner un thermocouple de type C au travers du support en graphite afin de mesurer la température du fond du creuset. Le thermocouple de type K, positionné dans la cuve, peut aussi être ajusté selon les besoins expérimentaux.

Dans un second temps, la cuve est fermée puis préparée pour l'essai. On procède à sa vidange jusqu'à 20 Pa environ, ensuite à un balayage et enfin à son remplissage à l'argon. La cuve est mise en légère surpression à $1,2 \cdot 10^5 \text{ Pa}$. Une vérification du taux d'oxygène dans la cuve est faite à l'aide d'un oxymètre afin de s'assurer que la quantité d'oxygène résiduelle est inférieure à 30 ppm en volume et garantir l'absence d'oxydation à haute température. À ce titre, la configuration expérimentale décrite dans la figure 5.9 présente l'avantage d'être constituée de certains éléments en graphite. Or, le carbone va capturer l'oxygène résiduel au cours de la chauffe limitant les risques d'oxydation, bien qu'il soit possible de rester en régime oxydant lié à la présence de certains matériaux. Une mesure à l'oxymètre en cours d'essai confirme cela avec une mesure du taux d'oxygène en-dessous du seuil de détection de l'appareil, inférieur à 1 ppm.

En cours d'essai, un balayage en argon est réalisé au niveau des tubes de visée du pyrorélectomètre afin d'éviter l'accumulation de poussières sur les hublots, ce qui altérerait les mesures monochromatiques.

La cuve ainsi que certains éléments (inducteur, tape supérieure et inférieure, pièce métallique de fixation du support présent dans la cuve) sont refroidis grâce à une circulation d'eau.

2.3.3 Conduite d'essai

Lorsque toutes les étapes précédentes ont été réalisées, le générateur est mis en route pour démarrer la chauffe. Le générateur peut fonctionner selon trois modes. Le premier consiste à effectuer des impulsions de courant en augmentant la puissance du générateur par palier de courant. Le deuxième consiste à effectuer des rampes de puissance plus ou moins rapide. Le troisième mode de chauffage est utilisé lorsque le talon de puissance du générateur est trop élevé engendrant des vitesses de chauffes trop rapide. Un mode automatique permet donc d'alterner la puissance du générateur entre zéro et sa valeur seuil avec une fréquence choisie par l'utilisateur.

Le troisième mode de chauffage permet de limiter la vitesse de chauffe pour les basses températures (en pratique jusqu'à 1000°C environ). La vitesse de chauffe peut être limitée pour deux raisons : si un matériau fragile de type céramique est utilisé, ou si un objectif métrologique nécessite une vitesse de chauffe lente. Dans ces deux cas, la vitesse de chauffe est de l'ordre de 30°C par minute. Dans le cas de matériaux pouvant supporter des chocs thermiques importants, comme le tungstène et le graphite, les vitesses de chauffe peuvent être largement supérieures, jusqu'à plusieurs centaines de degrés par minute.

Les données liées au pilotage de l'installation VITI, du pyrorélectomètre et du pyromètre bichromatique sont enregistrées ainsi que la vidéo délivrée par le pyromètre bichromatique.

A l'approche de la fusion du matériau, la vitesse de chauffe peut être réduite pour mieux visualiser la transition de phase. Une fois le matériau intégralement fondu, le système est surchauffé jusqu'à 200°C maximum au-delà de la température de fusion. La détermination de la fusion peut se faire par l'analyse des températures et/ou à l'aide d'un visuel de la surface supérieure de l'échantillon. Pour certaines configurations expérimentales, il est nécessaire d'effectuer un cycle de chauffage et refroidissement autour du point de fusion. Lorsque toutes les mesures ont été effectuées, on peut procéder au refroidissement de façon lente tant que l'échantillon est liquide, et en particulier lors de la solidification qui entraîne une variation de volume pouvant entraîner la rupture du creuset. Lorsque l'échantillon est solide, un refroidissement plus rapide peut être effectué, par exemple en coupant le générateur.

A l'ouverture de la cuve, l'aspect de l'échantillon est analysé en surface pour compléter les observations effectuées durant l'essai, ainsi que les mesures enregistrées puis post-traitées.

3 Mesures par pyrorélectométrie sur solide

Avant d'être utilisé pour effectuer des mesures de très hautes températures sur des matériaux liquides, le pyrorélectomètre a été mis en place sur VITI et testé sur des échantillons solides de tungstène. Ce paragraphe détaille les différents objectifs de ces mesures, les difficultés associées à ces mesures et les résultats obtenus.

3.1 Objectifs

Tout d'abord, le pyrorélectomètre décrit au paragraphe 1.2 est mis en place sur l'installation VITI avec sa tête optique (voir paragraphe 1.2.5). Dans cette configuration, le pyrorélectomètre est testé sur du tungstène, matériau sur lequel la méthode a déjà été validée [57] au sein du four solaire du laboratoire PROMES. Le tungstène est également choisi du fait de sa température de fusion très élevée (environ 3400°C sous atmosphère neutre) et de sa large utilisation sur la plateforme accident grave PLINIUS. Son usage répandu au sein du laboratoire et un besoin de mesures de températures précises sur ce matériau justifient également le choix du tungstène.

Les mesures sur tungstène dans une configuration simple permettent aussi une comparaison des données expérimentales avec les résultats des modèles développés au chapitre 4.

La géométrie de l'échantillon est ainsi cylindrique et correspond à celle décrite dans la figure 4.1 avec un passage de 2 mm de diamètre au cœur de l'échantillon pour un thermocouple. Les échantillons de tungstène ont été commandés avec des hauteurs et des rayons différents suivant la grille donnée dans le tableau 4.1.

La configuration expérimentale spécifique utilisée pour ces essais est schématisée dans la figure 5.13. L'échantillon de tungstène (2) est posé sur un support en graphite (4), réglé de telle sorte que l'échantillon soit au centre de l'inducteur (1) et à la bonne distance du pyrorélectomètre qui vise le dessus du système. Un système d'ailette de refroidissement (5) permet de favoriser les échanges thermiques au bas de la section d'essai. Un thermocouple de type C (3) est positionné à l'intérieur de l'échantillon de tungstène. Le pyrorélectomètre vise la surface supérieure de l'échantillon, tandis que deux pyromètres bichromatiques visent à la fois les surfaces supérieure et latérale.

Le chauffage de l'échantillon de tungstène est dit « direct » en raison de l'absence de suscepteur permettant à l'inducteur de coupler directement sur l'échantillon.

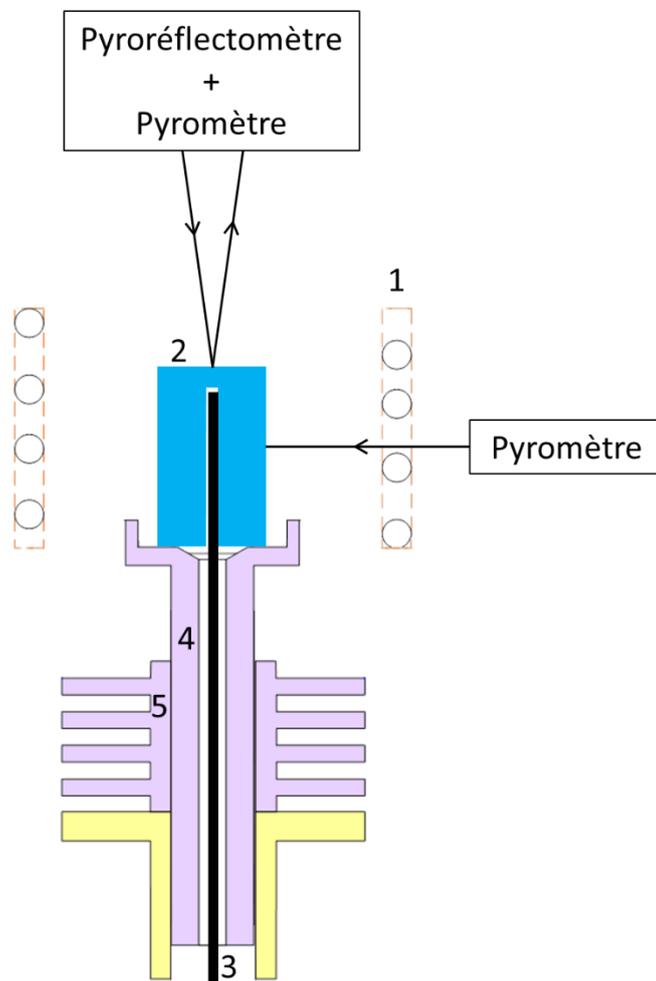


Figure 5.13 : Schéma de la configuration expérimentale de la chambre haute température sur échantillons de tungstène. 1 : Inducteur. 2 : Échantillon de tungstène. 3 : Thermocouple. 4 : Support. 5 : Ailettes de refroidissement.

Plusieurs essais ont été réalisés sur les échantillons de tungstène dont les différentes géométries sont indiquées dans le tableau 4.1. Seule une partie des résultats de ces essais est présentée dans le

paragraphe 3.2, pour évoquer les difficultés et contraintes de mesures par pyrorélectométrie sur une surface solide, et dans le paragraphe 3.3 pour présenter les résultats obtenus sur des échantillons solides de tungstène.

3.2 Réalisation des mesures et difficultés

Les mesures à très hautes températures par pyrorélectométrie ne sont pas toujours réalisables (voir paragraphe 4.2 du chapitre 2). De nombreux paramètres peuvent perturber la mesure des réflectivités et donc empêcher la détermination de la température pyrorélectométrique. Dans le cas du tungstène, deux cas sont présentés : un changement de la nature de la surface du matériau et une réflectivité trop élevée.

3.2.1 Changement de la nature de la surface

La pyrorélectométrie permet de prendre en compte les changements de la nature de la surface. Le problème ne repose donc pas sur la modification de la surface. Cependant, ces changements peuvent engendrer des problèmes dans la mesure de réflectivité à cause d'une inversion des réflectivités, d'une hausse trop importante des réflectivités (voir paragraphe 3.2.2), d'une annulation des réflectivités.

Les essais réalisés sur les différents échantillons de tungstène ont pour la plupart mis en évidence un phénomène particulier à 1300°C : une évolution de la surface de l'échantillon est observée et simultanément une augmentation rapide de la température bichromatique et des réflectivités est constaté, alors que le four est en régime établi.

Un exemple de ce phénomène est donné dans la figure 5.14 pour un échantillon de tungstène de hauteur 60mm et de rayon 15mm. Les températures du pyrorélectomètre et du pyromètre bichromatique, visant le dessus de l'échantillon, sont représentées ainsi que les réflectivités spectrales et le courant circulant dans l'inducteur qui est directement lié à la puissance de chauffage. La température donnée par le pyromètre positionné sur le côté de l'échantillon n'est pas représentée pour plus de lisibilité, mais son évolution est similaire à celle de l'autre pyromètre.

Le phénomène est détecté à partir de la 41^{ème} minute alors que le courant circulant dans l'inducteur est à une valeur constante. Les températures bichromatiques déterminées par le pyrorélectomètre, T_c , et par le pyromètre, $T_{\text{pyromètre}}$, augmentent rapidement de plusieurs centaines de degrés en une à deux minutes. Dans le même temps, les températures monochromatiques du pyrorélectomètre diminuent légèrement avant d'augmenter, mais de seulement quelques dizaines de degrés. L'augmentation de l'écart entre les températures de luminance explique la hausse soudaine de la température bichromatique. On observe aussi une augmentation rapide et brutale des réflectivités d'un facteur 10 environ, traduisant un changement important de la nature de la surface de l'échantillon de tungstène. Avant l'augmentation rapide de la température (cinq minutes avant), un important dégagement de fumée a été observée sur la vidéo du pyromètre bichromatique. Consécutivement à la hausse des températures, les stries d'usinage (présentes avant l'essai à température ambiante) ont commencé à être de nouveau visible. Le dégagement de fumée fini, les stries d'usinage sont réapparues et l'augmentation rapide de la température a stoppé. A l'ouverture du four, une pellicule de poussière bleutée, confirmant l'observation des fumées, est présente sur l'intégralité des parois de la cuve, à l'exception des hublots de visée où un débit d'argon soufflé durant tout l'essai a permis d'éviter ce dépôt et donc une altération des mesures par pyrorélectométrie. Il est possible que l'émission des aérosols ait altérée temporairement les mesures spectrales par pyrorélectométrie.

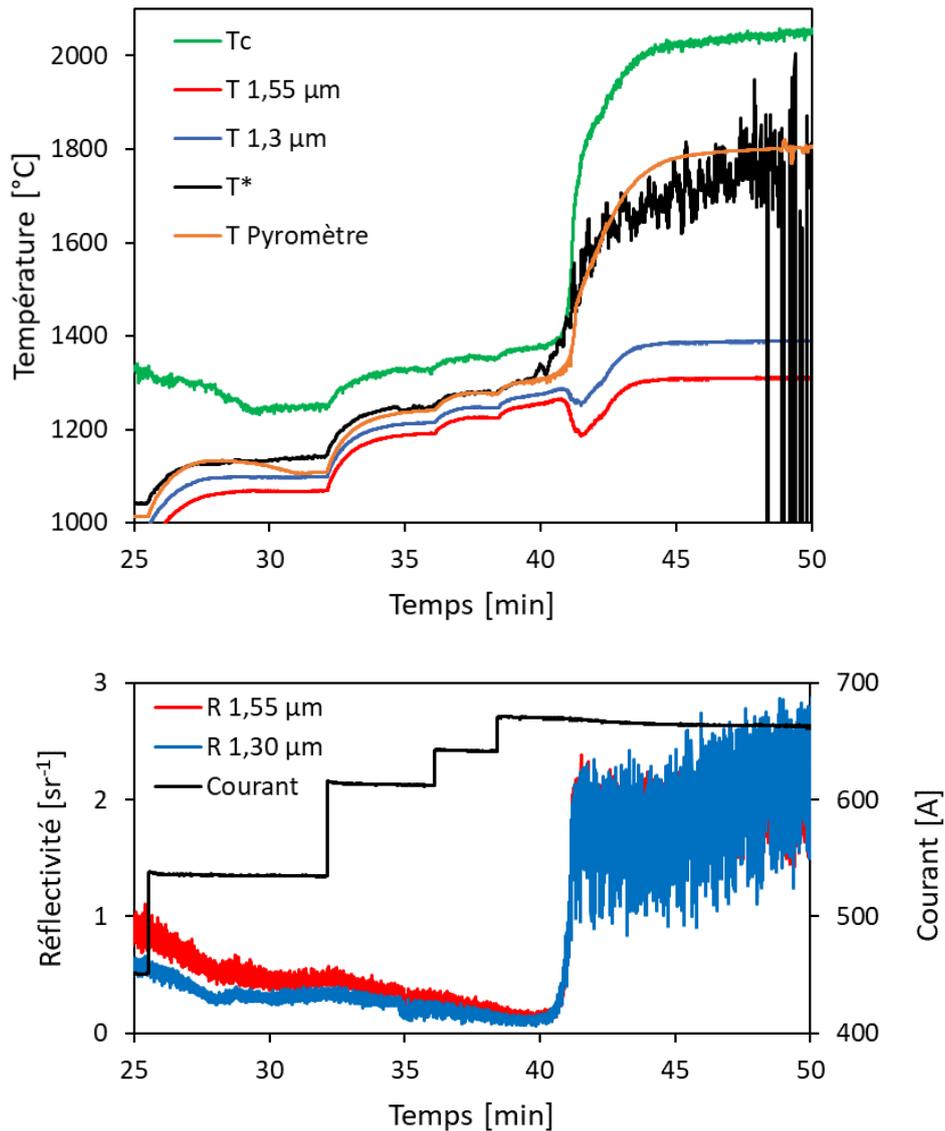


Figure 5.14 : Mesures pyrorélectométriques sur un échantillon de tungstène (60x15 mm). Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyrorélectométrique, Tc : température bichromatique du pyrorélectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm . Courant circulant dans l'inducteur (en bas).

Les essais sont réalisés sous une atmosphère neutre en argon mise en place selon la procédure décrite dans le paragraphe 2.3.2. En pratique, l'atmosphère n'est pas parfaitement neutre mais de l'oxygène résiduel peut rester présente en raison du système de pompage qui ne permet d'atteindre qu'un vide primaire. Il reste environ 30 ppm d'oxygène selon les mesures à l'oxymètre réalisées avant l'essai. Dans la plupart des configurations VITI, la présence d'un suscepteur en graphite et d'un isolant thermique (voir figure 5.9) permet de capter l'oxygène résiduel lorsque la température commence à augmenter. Dans la configuration particulière de la figure 5.13, le support en graphite n'est probablement pas assez chaud pour capter l'oxygène résiduel. Le tungstène va donc s'oxyder lors de la hausse de la température. Habainy et al. [79] ont montré que même pour des quantités d'oxygène résiduel très faible (5 ppm), le tungstène peut s'oxyder à partir de 500°C. Une couche d'oxyde WO_3 non adhérente va donc se former et grossir jusqu'à ce que la température atteigne 1000°C. À partir de 1000°C, le dépôt oxyde formé atteint une épaisseur suffisante pour se détacher, pouvant expliquer l'observation

de fumée et le dépôt bleuté (oxyde de tungstène). À partir de 1300°C, l'oxydation du tungstène suit une loi linéaire tandis que la sublimation de la couche d'oxyde suit une loi exponentielle avec la température [79]. L'oxyde formé se sublime donc presque instantanément. La mesure de température s'effectue donc sur une surface oxyde jusqu'à 1300°C puis sur une surface métallique au-delà. Au refroidissement, les températures mesurées sont différentes de celles observées à la chauffe (jusqu'à 1300°C) pour un courant circulant dans l'inducteur identique (voir figure 5.17).

En terme de propriétés radiatives, le passage d'une surface oxyde à une surface métallique entraîne un changement important d'émissivité. Tout d'abord l'émissivité du tungstène est plus faible, ce qui justifie la diminution des températures de luminance en accord avec l'équation (1.34). De plus, l'émissivité d'une surface métallique évolue plus significativement avec la longueur d'onde que pour une surface oxyde. Ceci justifie donc dans un premier temps l'augmentation de l'écart entre les températures de luminance du pyrorélectomètre et dans un second temps, l'augmentation rapide des températures bichromatiques, selon l'équation (1.37) qui implique un rapport d'émissivités.

Dans le cadre d'un autre essai, pour un échantillon de tungstène de géométrie (50x15 mm), les températures de luminance du pyromètre à 0,95 et 1,05 μm ont été enregistrées ainsi que la température bichromatique. De la même manière que pour les températures de luminance du pyrorélectomètre de la figure 5.14, les températures de luminance du pyromètre diminuent après le phénomène d'oxydation et de sublimation à 1300°C. Puis, l'écart entre ces deux températures de luminance augmente.

Cette analyse thermique montre bien qu'il y a eu un changement significatif sur la nature de la surface de l'échantillon de tungstène, probablement du là encore à une oxydation de sa surface puis une sublimation de sa couche oxyde. Cette hypothèse est renforcée par le dégagement de fumée, la réapparition des stries d'usinage et l'observation post-essai d'un dépôt bleuté.

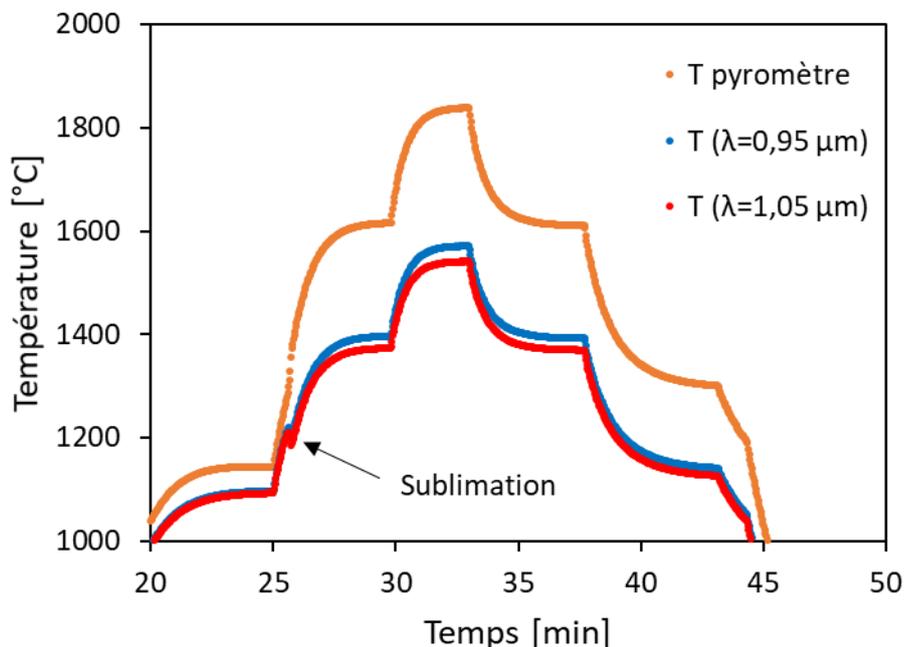


Figure 5.15 : Mesures pyrométriques sur un échantillon de tungstène (50x15 mm). T pyromètre : température bichromatique du pyromètre, T ($\lambda=0,95 \mu\text{m}$) : température de luminance du pyromètre à 0,95 μm , T ($\lambda=1,05 \mu\text{m}$) : température de luminance du pyromètre à 1,05 μm .

L'inconvénient de ce phénomène sur le tungstène est que la modification de la nature de la surface peut entraîner une impossibilité à mesurer proprement les réflectivités (voir figure 5.14 sur la

deuxième partie de la courbe). La couche d'oxyde peut être semi-transparente aux longueurs d'onde du pyrorélectomètre, ce qui peut engendrer des interférences lors de la réflexion du laser si la couche d'oxyde a une épaisseur de l'ordre de la longueur d'onde. Ces interférences auraient lieu entre la fraction du rayon laser réfléchi sur la couche semi-transparente avec la fraction du rayon laser transmis à travers la couche semi-transparente et réfléchi sur le tungstène métallique.

L'essai dont les résultats sont représentés dans la figure 5.14 montre que la température pyrorélectométrique peut être évaluée avant la sublimation de la couche oxyde. Sur la surface métallique, les fortes variations sur les réflectivités ne permettent pas de déterminer proprement la température pyrorélectométrique. Cette observation a été faite à plusieurs reprises dans l'installation VITI sur différents échantillons de tungstène de géométries différentes. Au four solaire du laboratoire PROMES, ce phénomène n'a pas pu être observé puisque les échantillons sont positionnés dans une enceinte placée sous vide.

Le changement de la nature de la surface peut donc avoir un impact significatif sur les mesures de la température et de la réflectivité, pouvant engendrer une impossibilité à évaluer correctement la température pyrorélectométrique.

3.2.2 Réflectivité élevée

Les mesures par pyrorélectométrie peuvent également s'avérer compliquées, voire impossibles, dans le cas de matériaux de réflectivité élevée. Cela est particulièrement vrai pour les matériaux très spéculaires, dont la fonction de distribution des réflectivités est resserrée dans une direction donnée. Dans ce cas-là, un réglage fin est nécessaire pour positionner la tête optique dans la direction de réflexion spéculaire. Lorsque le réglage est satisfaisant, une petite variation d'alignement peut avoir un impact considérable sur les réflectivités en les faisant chuter à zéro ou au contraire en atteignant des valeurs très élevées qui peuvent saturer les photodiodes.

La saturation des photodiodes a été observée à plusieurs reprises suite à l'oxydation du tungstène et la sublimation de la couche d'oxyde, comme représenté dans la figure 5.16 pour un échantillon de tungstène de hauteur 50mm et de rayon 15mm. Les températures du pyrorélectomètre et du pyromètre bichromatique, visant le dessus de l'échantillon, sont représentées ainsi que les réflectivités spectrales et le courant circulant dans l'inducteur.

Le signal à la longueur d'onde de 1,3 μm est environ deux fois plus intense que le signal à 1,55 μm , en raison des caractéristiques des photodiodes sélectionnées pour le pyrorélectomètre et des caractéristiques spectrales du rayonnement aux températures considérées. Dans le cas d'une réflectivité élevée, c'est donc le signal à 1,3 μm qui va saturer en premier. Sur le graphique des réflectivités, on peut en effet voir que la réflectivité bleue atteint un plateau, qui est due à la saturation des photodiodes. Cette saturation entraîne l'impossibilité d'évaluer une température pyrorélectométrique fiable. Lors de cet essai, la puissance des diodes laser a été diminuée en deux temps et un étalonnage en réflectivité a été à nouveau effectué a posteriori afin de recalibrer les réflectivités à leur niveau d'avant saturation.

Cette correction a posteriori a permis d'évaluer une température pyrorélectométrique fiable. Dans cet exemple, la saturation n'était que légère et il a été possible de poursuivre l'essai en effectuant une calibration a posteriori. Cependant, dans d'autres cas, il a été observé qu'une réflectivité très élevée venant saturer largement les photodiodes peut entraîner une mesure de l'émission thermique, bien trop faible par rapport au signal lié à la réflexion laser.

Avant l'essai, il est indispensable de pré-régler la puissance des lasers et la position de la tête optique pour éviter de saturer les photodiodes, mais un changement de la nature de la surface en cours d'essai peut entraîner leur saturation empêchant ainsi des mesures ultérieures. Une action correctrice envisageable consiste à diminuer la puissance des lasers en cours d'essai.

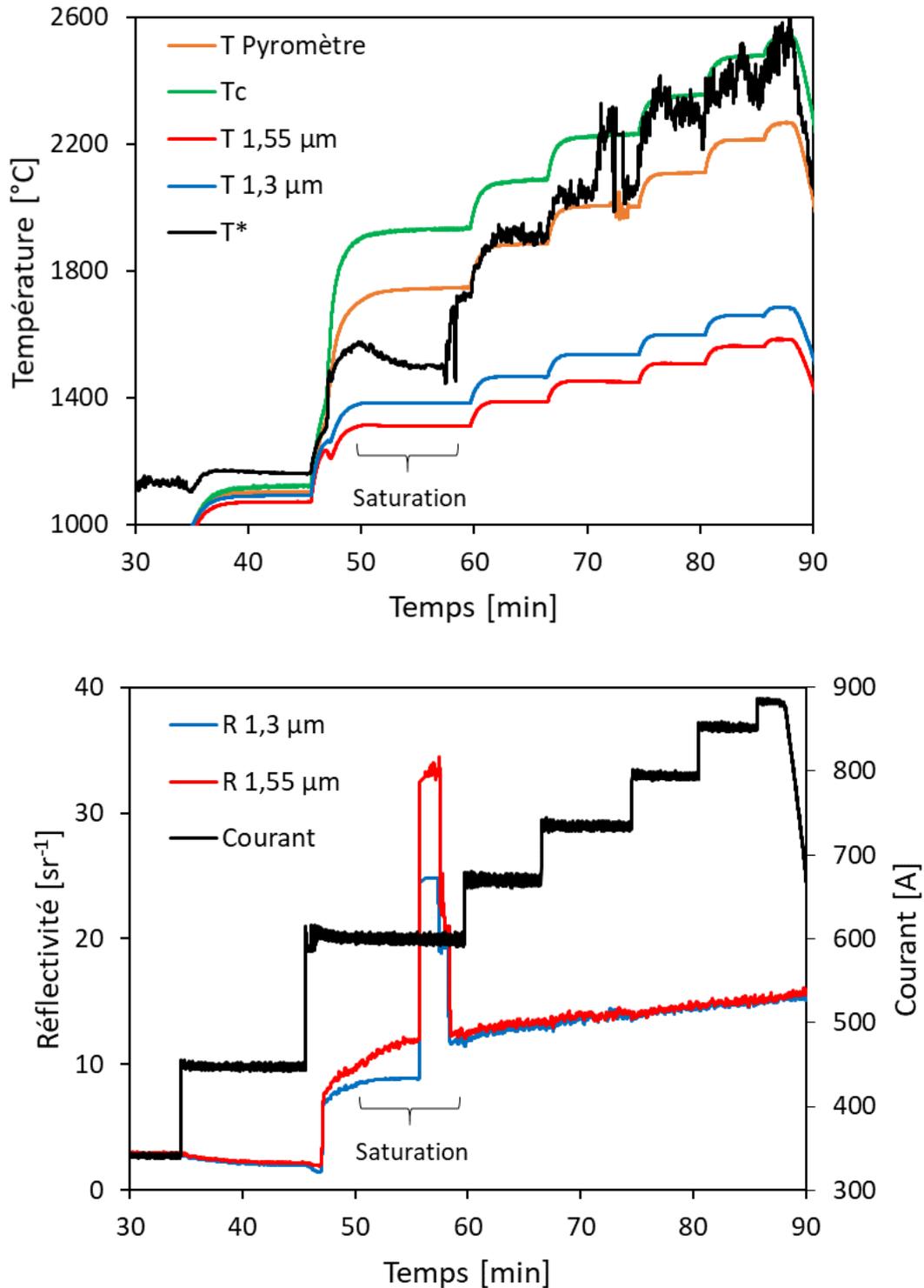


Figure 5.16 : Mesures pyrorélectométriques sur un échantillon de tungstène (50x15 mm). Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu\text{m}}$ et $T_{1,55 \mu\text{m}}$: températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre, $T_{\text{pyromètre}}$: température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu\text{m}}$ et $R_{1,55 \mu\text{m}}$: réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm . Courant circulant dans l'inducteur (en bas).

Les signaux en réflectivités n'ont pas permis de déterminer avec précision la température, mais une optimisation des réglages contribuera à obtenir de meilleurs signaux en réflectivités et à déterminer la température par pyrorélectométrie.

3.3 Résultats des mesures pyrorélectométriques sur du tungstène

La validation de la méthode pyrorélectométrique a été réalisée sur un échantillon de tungstène de hauteur 50 mm et de rayon 5 mm, dont les résultats sont donnés dans la figure 5.17. Les températures du pyrorélectomètre et du pyromètre bichromatique, visant le dessus de l'échantillon, sont représentées, ainsi que les réflectivités spectrales et le courant de l'inducteur. La température donnée par le pyromètre visant le côté de l'échantillon présente une évolution similaire à celle du pyromètre visant le dessus.

La température bichromatique du pyromètre est corrigée avec les émissivités spectrales du tungstène donnée par Latyev [63] et représentée pour quelques points correspondant aux paliers d'équilibres de la température.

On peut noter pour cet essai la présence du phénomène d'oxydation du tungstène et de sublimation de la couche d'oxyde. Les températures bichromatiques augmentent significativement, tout comme les réflectivités spectrales. Cependant, ce changement de la nature de la surface n'a aucun impact sur l'ordre des réflectivités et donc sur la possibilité d'évaluer la température pyrorélectométrique sur l'intégralité de l'essai de 1000 à 1700°C. Le passage de la surface oxyde à métallique est identique à celui observé dans la figure 5.14 avec notamment l'augmentation de l'écart entre les températures de luminance. On peut noter en plus pour cet essai une légère augmentation de l'écart entre les réflectivités spectrales.

La correction de la température bichromatique du pyromètre est effectuée uniquement dans la zone où la surface du tungstène est métallique. Une incertitude est calculée pour ces points corrigés selon l'équation (3.19). L'incertitude-type sur la température bichromatique est donnée par le constructeur à 1%. L'incertitude-type sur la transmission des hublots a été mesurée à 1% environ. L'incertitude-type sur les émissivités du tungstène a été estimée à 1%. On constate que la température pyrorélectométrique est en accord avec les points de température corrigée du pyromètre bichromatique sur tout l'essai de 1200 à 1700°C.

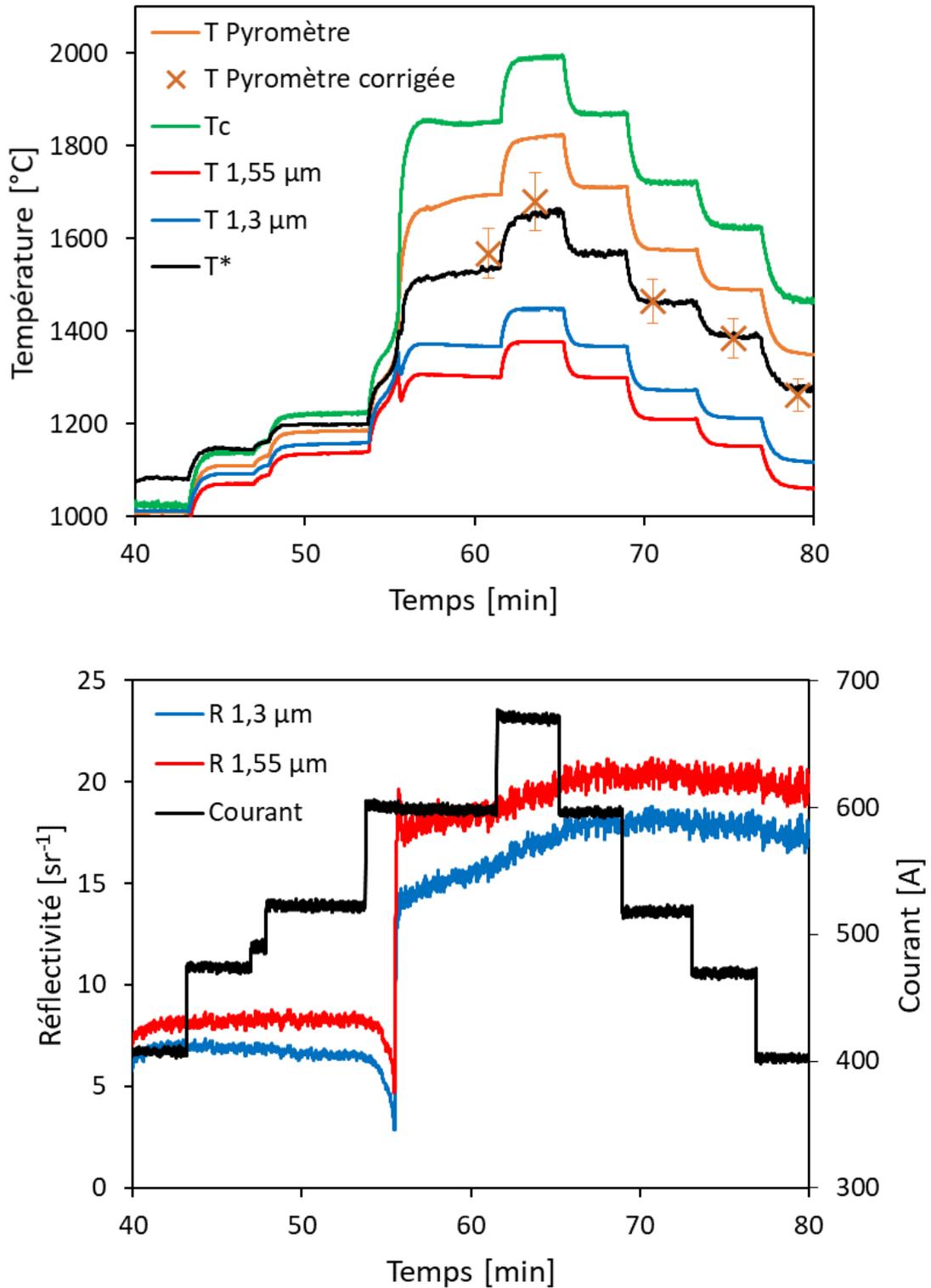


Figure 5.17 : Mesures pyrorélectométriques sur un échantillon de tungstène (50x5 mm). Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm, T* : température pyrorélectométrique, Tc : température bichromatique du pyrorélectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. T pyromètre corrigée : température bichromatique du pyromètre, corrigée des émissivités. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm. Courant circulant dans l'inducteur (en bas).

Afin de valider la convergence de la méthode pyrorélectométrique, un point de température a été choisi, à $t=70$ min, et les températures (corrigées des réflectivités spectrales) sont représentées en fonction du facteur de diffusion à partir des équations données en (2.17). La température bichromatique du pyromètre, corrigée des émissivités du tungstène, est prise comme point de référence pour validation de la méthode pyrorélectométrique sur du tungstène. La température pyrorélectométrique correspond au croisement des deux courbes liées aux températures de luminance, qui coïncide avec la température corrigée du pyromètre.

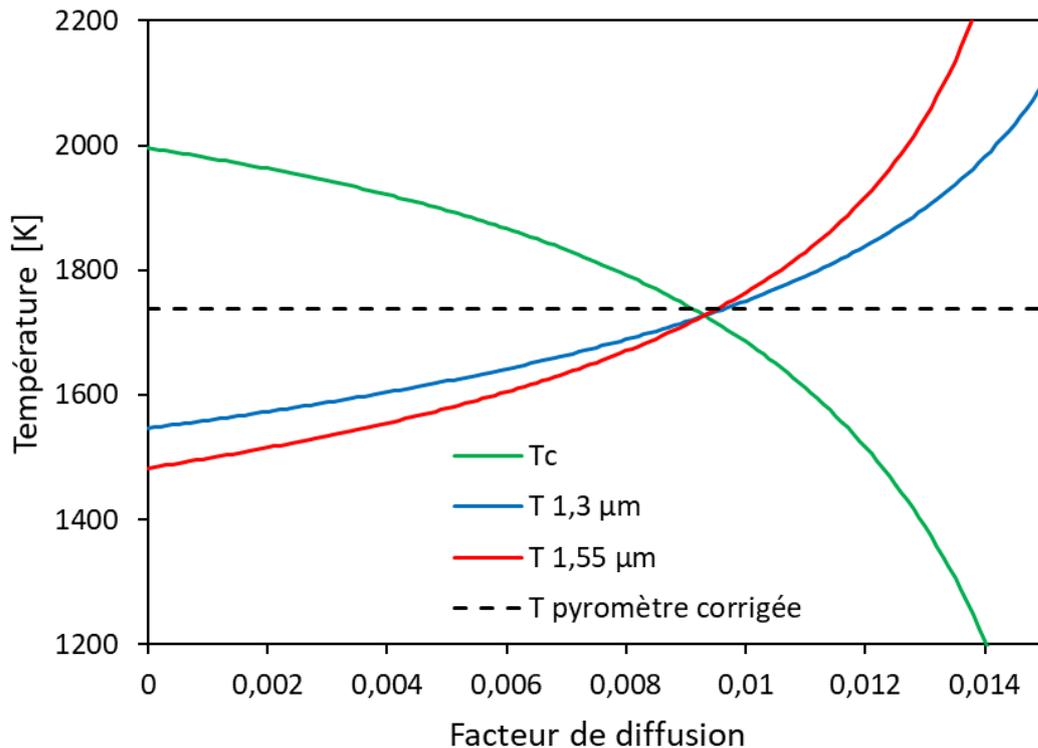


Figure 5.18 : Validation de la méthode pyrorélectométrique sur du tungstène. T_c : température bichromatique, corrigée des réflectivités. $T_{1,3 \mu m}$: température de luminance à $1,3 \mu m$, corrigée de la réflectivité à $1,3 \mu m$. $T_{1,55 \mu m}$: température de luminance à $1,55 \mu m$, corrigée de la réflectivité à $1,55 \mu m$. $T_{\text{pyromètre corrigée}}$: température bichromatique du pyromètre, corrigée des émissivités du tungstène.

Après avoir validé la mise en place du pyrorélectomètre sur l'installation VITI par le biais des échantillons de tungstène, ces mesures sont utilisées pour valider le modèle Comsol dans sa configuration avec le support présenté au paragraphe 4.5 du chapitre 4.

Cette validation est effectuée à partir de trois géométries différentes pour plusieurs valeurs de courants sélectionnées aux équilibres thermiques. La température expérimentale prise pour validation est la température pyrorélectométrique si elle est calculable, sinon la température bichromatique du pyromètre, corrigée des valeurs de l'émissivité du tungstène données dans la référence [63]. Les incertitudes de mesures sont déterminées en fonction de la température qui est prise pour référence. La température considérée dans le modèle est celle calculée au point A, soit sur le dessus de l'échantillon.

Le courant circulant dans l'inducteur est une valeur efficace. Pour permettre une comparaison avec le modèle, il faut transformer ce courant à sa valeur crête en multipliant le courant efficace par $\sqrt{2}$.

La grille d'essai et de calcul utilisée pour cette validation est donnée dans le tableau 5.1 avec les caractéristiques géométriques et l'étendue de la gamme de température pour chacune des configurations testées.

Hauteur [mm]	Rayon [mm]	Gamme de température [K]
40	15	[1100-2100]
50	15	[1300-2100]
50	5	[1500-2000]

Tableau 5.1 : Grille d'essai et de calcul pour validation du modèle Comsol.

Les résultats de comparaison avec le modèle Comsol pour la première géométrie (40x15 mm) sont présentés dans la figure 5.19.

On peut noter que la température calculée avec le modèle Comsol est en très bon accord avec les données expérimentales : pour la plupart des courants considérés, la température calculée est incluse dans l'incertitude calculée pour la température expérimentale.

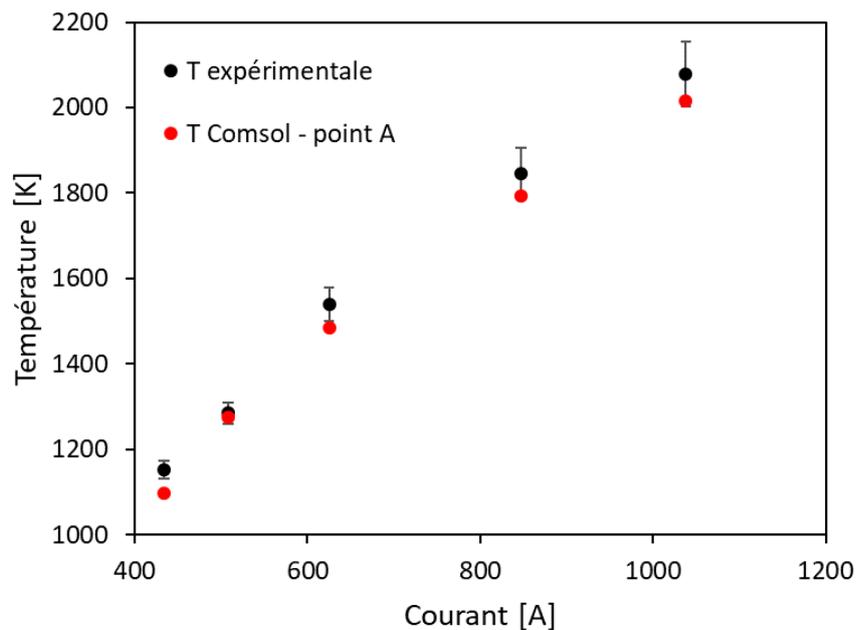


Figure 5.19 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 40x15 mm.

Les résultats de comparaison avec le modèle Comsol pour la deuxième géométrie (50x15 mm) sont présentés dans la figure 5.20.

On constate, contrairement à la précédente comparaison, qu'à haute température ($T > 1800\text{K}$) la température calculée par le modèle n'est pas incluse dans l'incertitude calculée pour la température expérimentale. L'écart n'est cependant pas significatif ce qui ne remet pas en cause le modèle à ce stade.

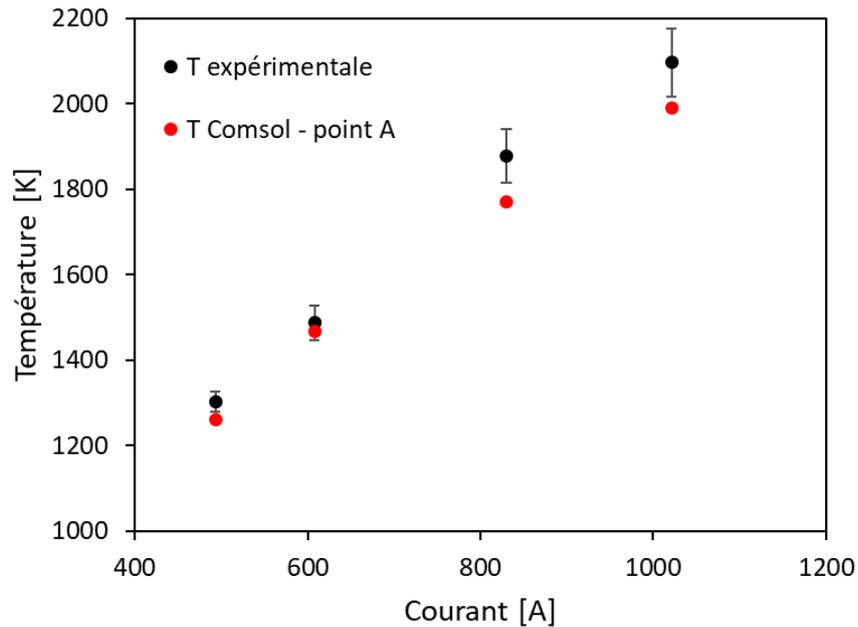


Figure 5.20 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 50x15 mm.

Les résultats de comparaison avec le modèle Comsol pour la dernière géométrie (50x5 mm) sont présentés dans la figure 5.21.

Pour cette géométrie de faible rayon, on constate que la température calculée par le modèle Comsol n'est pas en accord avec les données expérimentales. Il est possible que le modèle soit limité pour des géométries de faibles rayons. Le couplage électromagnétique n'est peut-être pas très bien modélisé pour des faibles rayons. De plus, la corrélation en plaque plane verticale pour les échanges thermiques par convection n'est sans doute pas très adaptée pour des cylindres de faibles rayons et notamment pour le support en graphite qui est à une température inférieure à 1000°C.

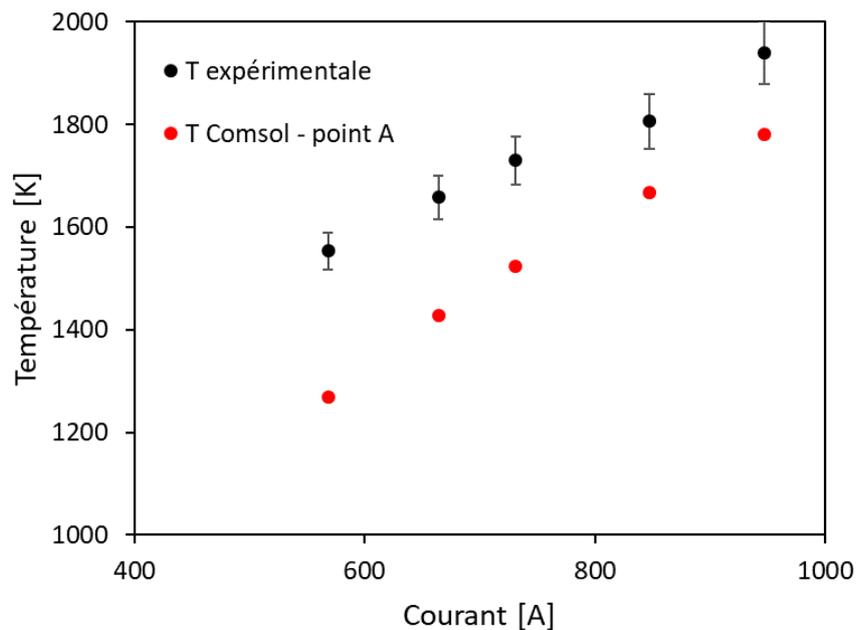


Figure 5.21 : Comparaison calcul avec le modèle Comsol / résultats expérimentaux pour un échantillon de tungstène de géométrie 50x5 mm.

La comparaison des résultats obtenus par le modèle Comsol et les données expérimentales valident le modèle pour des échantillons de tungstène de rayon supérieur à 15mm. Dans le cas d'échantillon avec un petit rayon, une modification du modèle est à envisager notamment au niveau de la condition aux limites thermiques par convection.

4 Mesures par pyroréfectométrie sur liquide

La méthode de la pyroréfectométrie a été validée jusqu'à présent uniquement sur des solides [25, 56]. Cette thèse vise à étendre les mesures effectuées par pyroréfectométrie à des liquides. Ce paragraphe décrit l'évolution des mesures obtenues par pyroréfectométrie sur différents matériaux liquides à très hautes températures et au sein de l'installation VITI.

4.1 Objectifs

L'objectif de ces mesures est de valider la faisabilité des mesures de très hautes températures par pyroréfectométrie sur des surfaces liquides. Pour cela, plusieurs matériaux ont été choisis, sur une large gamme de température.

Dans un premier temps, des compositions eutectiques identiques à celles utilisées pour les cellules eutectiques sont considérées du fait de la connaissance précise de leur température de fusion.

Dans un second temps, un corps pur métallique, le fer, a été sélectionné en raison de sa température de fusion bien connue et de sa représentativité pour les scénarios d'accidents graves.

Ensuite, la méthode est testée sur un oxyde liquide, l'alumine Al_2O_3 , qui présente des caractéristiques radiatives différentes d'un métal liquide, et qui est considéré comme un simulant du corium.

Enfin, la méthode de la pyroréfectométrie est appliquée sur des échantillons d'acier de nuance 18MND5, dont les propriétés radiatives sont méconnues. Cet acier est aussi un constitutif des générateurs de vapeurs de réacteurs à eau pressurisé français.

Pour tous les matériaux étudiés, des résultats préliminaires sont présentés avec des difficultés et des limitations, avant des résultats consolidés.

4.2 Validation sur des mélanges eutectiques

Un mélange eutectique est un mélange entre deux éléments dans des proportions telles que ce mélange se comporte comme un corps pur, c'est-à-dire que la transition de phase solide – liquide se produit à une température constante.

4.2.1 Description des échantillons et de la configuration

Dans le cadre de cette thèse, les mélanges eutectiques considérés sont des mélanges de métaux et de carbone identiques à ceux utilisés pour l'étalonnage du pyroréfectomètre (voir paragraphe 2.2.2). La différence avec les cellules eutectiques est que ce mélange n'est pas encapsulé dans une cavité en graphite, mais est placé dans un creuset afin de permettre les mesures de températures par pyroréfectométrie directement sur la surface de ce mélange. Deux mélanges ont été élaborés à partir de mélange de poudres : ruthénium – carbone Ru-C (1953°C) et rhénium – carbone Re-C (2475°C).

La configuration expérimentale est celle donnée dans la figure 5.9. Le mélange eutectique est préparé dans des proportions légèrement hypo-eutectique et placé dans un creuset en graphite pour que le mélange atteigne exactement la proportion eutectique lors de la chauffe [35]. Le mélange ruthénium – carbone est préparé à partir de 16,334 g de ruthénium et 0,182 g de carbone. Le mélange rhénium –

carbone est préparé à partir de 10,045 g de rhénium et 0,231 g de carbone Le creuset a un diamètre interne de 17 mm permettant ainsi d'effectuer les mesures avec le pyrorélectomètre et le pyromètre, en écartant la problématique de l'effet de taille de source.

4.2.2 Mesures préliminaires

Les premières mesures effectuées sur les mélanges eutectiques Ru-C et Re-C n'ont pas permis d'évaluer la température pyrorélectométrique dans la partie liquide du fait de difficultés à mesurer les réflectivités spectrales. Les mesures réalisées avec le mélange eutectique Ru-C sont présentées dans la figure 5.22 et avec le mélange Re-C dans la figure 5.23.

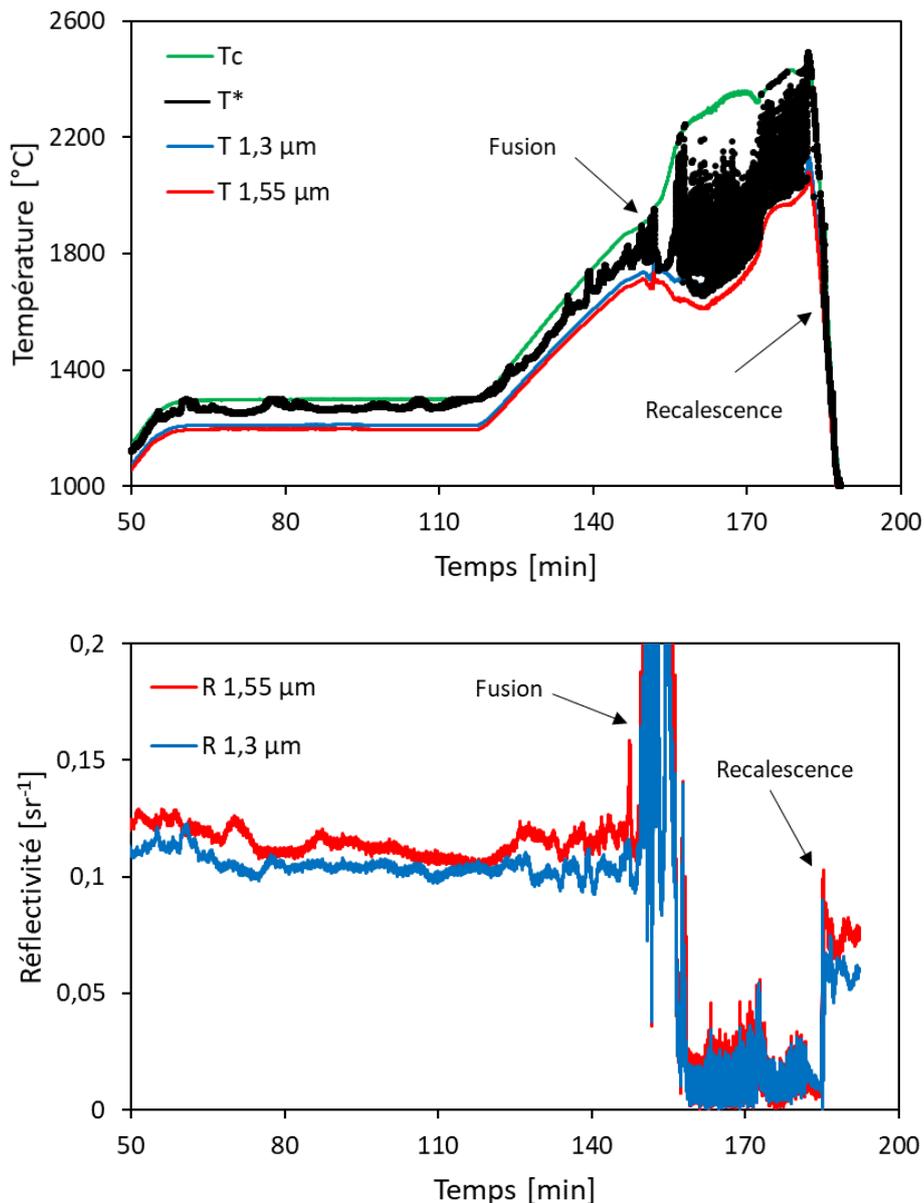


Figure 5.22 : Mesures pyrorélectométriques sur un mélange eutectique Ru-C. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu\text{m}}$ et $T_{1,55 \mu\text{m}}$: températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu\text{m}}$ et $R_{1,55 \mu\text{m}}$: réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

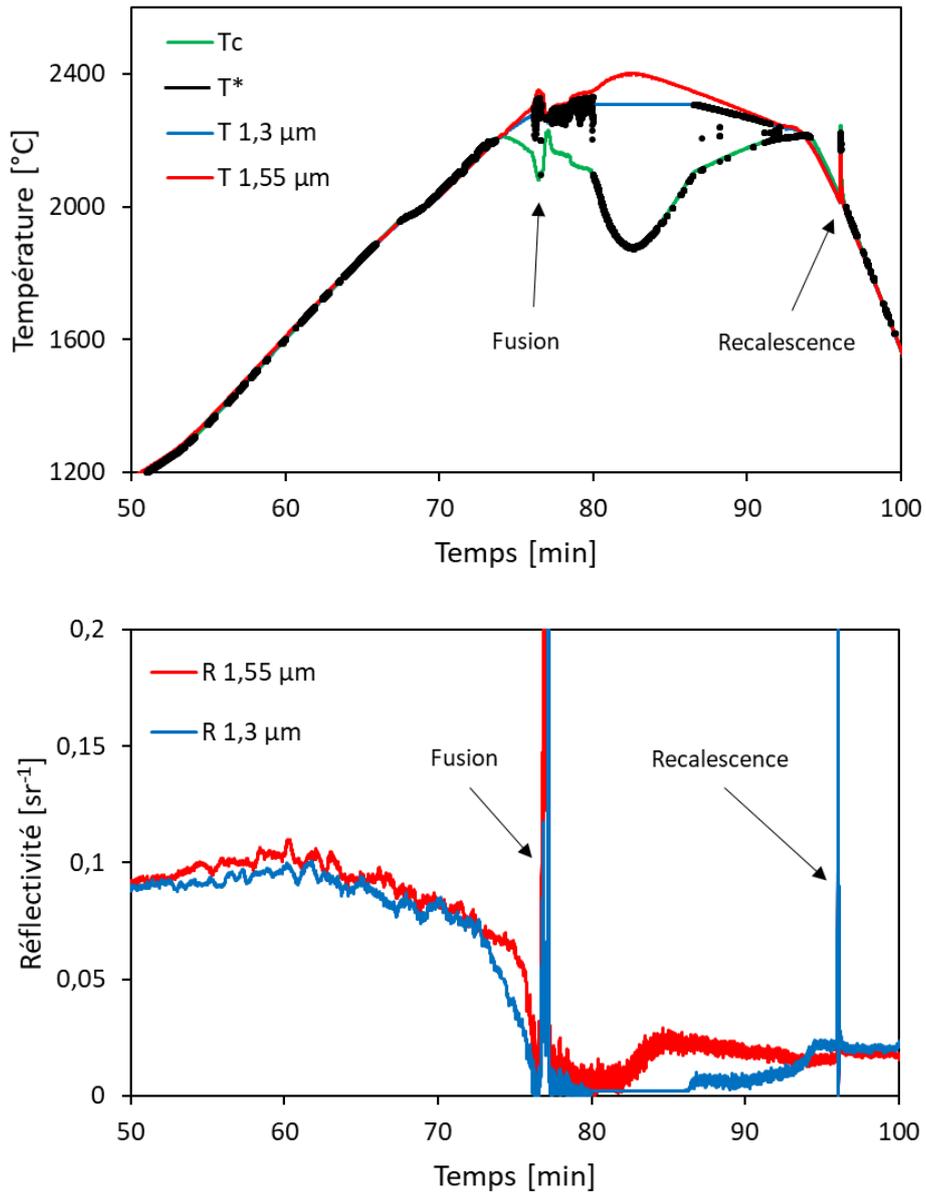


Figure 5.23 : Mesures pyrorélectométriques sur un mélange eutectique Re-C. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu\text{m}}$ et $T_{1,55 \mu\text{m}}$: températures de luminance à $1,3 \mu\text{m}$ et $1,55 \mu\text{m}$, T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu\text{m}}$ et $R_{1,55 \mu\text{m}}$: réflectivités spectrales à $1,3 \mu\text{m}$ et $1,55 \mu\text{m}$.

A l'état solide, les deux mélanges eutectiques présentent des réflectivités faibles probablement en raison de la nature du mélange qui est sous forme de poudre. Les réflectivités permettent d'évaluer la température pyrorélectométrique, qui est très proche des températures de luminance. Les émissivités spectrales de ces mélanges sont probablement très proches de l'unité.

A l'état liquide et pour les deux mélanges, les réflectivités chutent presque à zéro après avoir présentées de fortes variations au moment de la fusion. Les mesures de réflectivités se révèlent être ainsi un moyen de détermination de la fusion d'un mélange sur lequel aucun visuel exploitable n'est disponible.

Au moment de la recalescence (solidification très rapide du mélange après la surfusion de celui-ci), l'évolution inverse des réflectivités est observée pouvant être aussi corrélée à une augmentation

soudaine de la température. L'échelle de temps de la recalescence est beaucoup plus rapide que celle associée à la fusion du mélange, puisque ce phénomène correspond à un passage d'un état instable à un état stable.

La baisse des réflectivités lors du passage à l'état liquide, puis leur ré-augmentation a été également observée dans les articles [80, 81] sur des oxydes réfractaires.

La forte variation des réflectivités au moment de la fusion est due au changement de phase progressif de la surface, engendrant simultanément des mouvements à la surface et des fortes variations des propriétés radiatives. Une fois l'intégralité du mélange fondu, les réflectivités se stabilisent mais présentent encore une dispersion plus importante qu'à l'état solide. Ceci peut s'expliquer par la nature liquide du mélange, qui est moins stable que sa phase solide et sujette à différents mouvements pouvant être engendrés par des gradients thermiques au sein du système, ou des mouvements dans l'atmosphère environnante. Dans ces deux exemples, l'évaluation de la température pyrorélectométrique n'a donc pas été possible en raison des difficultés à mesurer les réflectivités spectrales.

La chute des réflectivités à l'état liquide peut s'expliquer par la nature spéculaire des surfaces liquides comparées à des surfaces solides. Une surface est qualifiée de spéculaire si elle va réfléchir préférentiellement dans une direction un rayonnement incident. Dans le cas de la pyrorélectométrie, la réflexion du laser sur une surface spéculaire va se produire au sein d'un faible angle solide. En cas de réglages imparfaits de la tête optique, il est possible que la réflexion du laser ne se produise pas exactement dans la direction de la tête optique de réception, ce qui permet de ne détecter qu'une infime partie du signal laser réfléchi.

Afin de résoudre cette difficulté spécifique aux surfaces liquides, une amélioration du réglage de la tête optique est indispensable, impliquant plusieurs modifications de la tête optique (voir paragraphe 1.2.5) afin d'optimiser le réglage et de rendre possible les mesures par pyrorélectométrie sur une surface liquide. Dans le même temps, la distance de travail entre l'échantillon et la tête optique est soigneusement réglée de telle sorte que la réflexion du laser ait lieu préférentiellement dans la direction définie par la tête optique de réception du signal.

4.2.3 Résultats sur des mélanges eutectiques

Après optimisation des réglages, les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont été rendues possibles pour les deux mélanges eutectiques sélectionnés et jusqu'à 200 degrés au-dessus de la température de fusion. Les mesures réalisées avec le mélange eutectique Ru-C sont présentées dans la figure 5.24 et avec le mélange Re-C dans la figure 5.25. Les figures sont centrées sur la fusion (identifiée suite à son observation) et la zone liquide uniquement. Pour ces deux essais, la température bichromatique du pyromètre est ajoutée aux températures du pyrorélectomètre. Des visuels de la vidéo enregistrée par le pyromètre bichromatique pour le mélange Re-C uniquement sont également insérés.

Afin de visualiser nettement la transition de phase, un chauffage lent est choisi, consistant en une rampe d'environ 30 degrés par minute. Plusieurs cycles de chauffage et de refroidissement sont effectués autour du point de fusion pour faire disparaître les éventuelles impuretés pouvant affecter la mesure de la température de fusion [35].

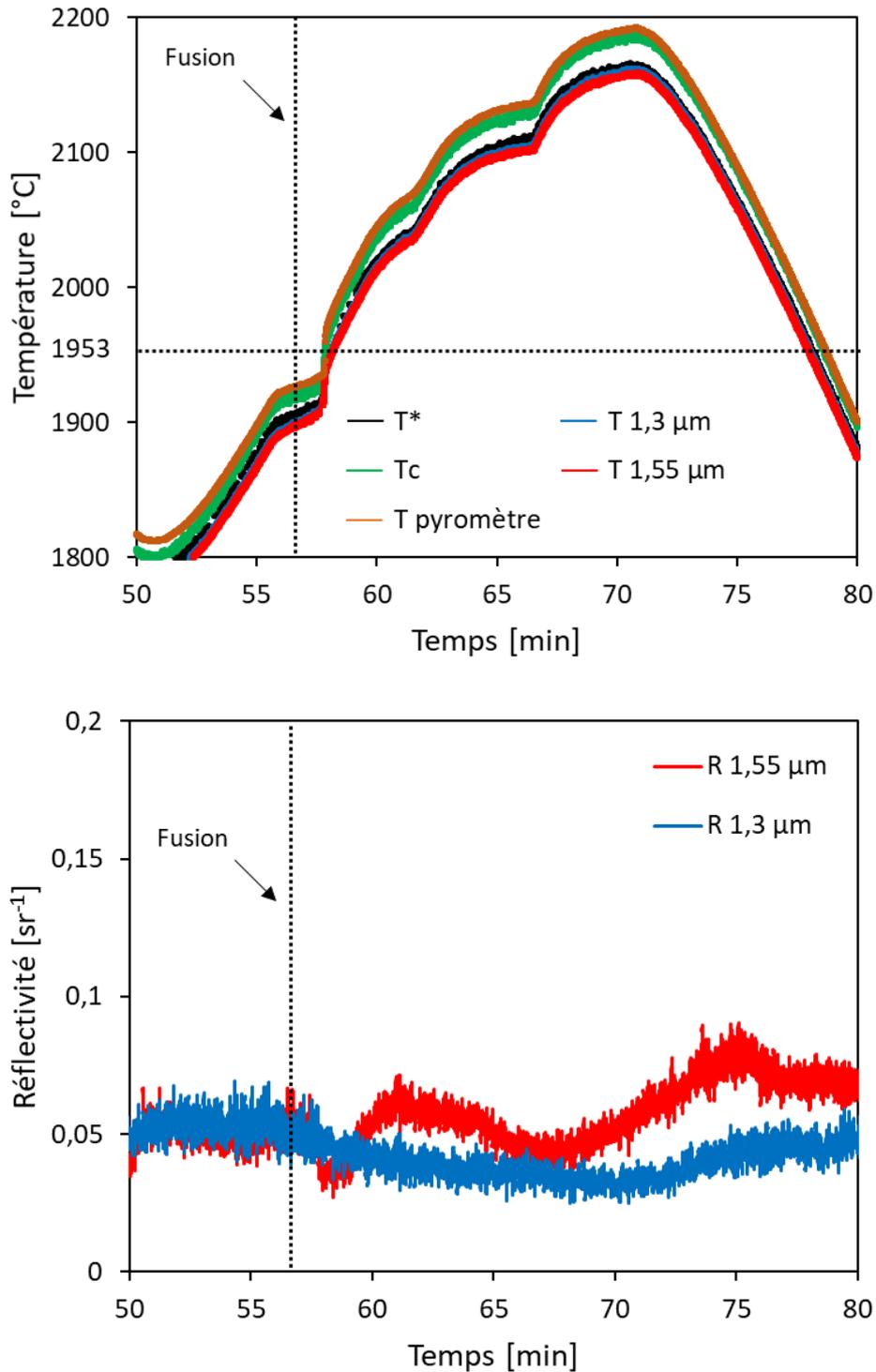


Figure 5.24 : Mesures pyrorélectométriques sur un mélange eutectique Ru-C. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

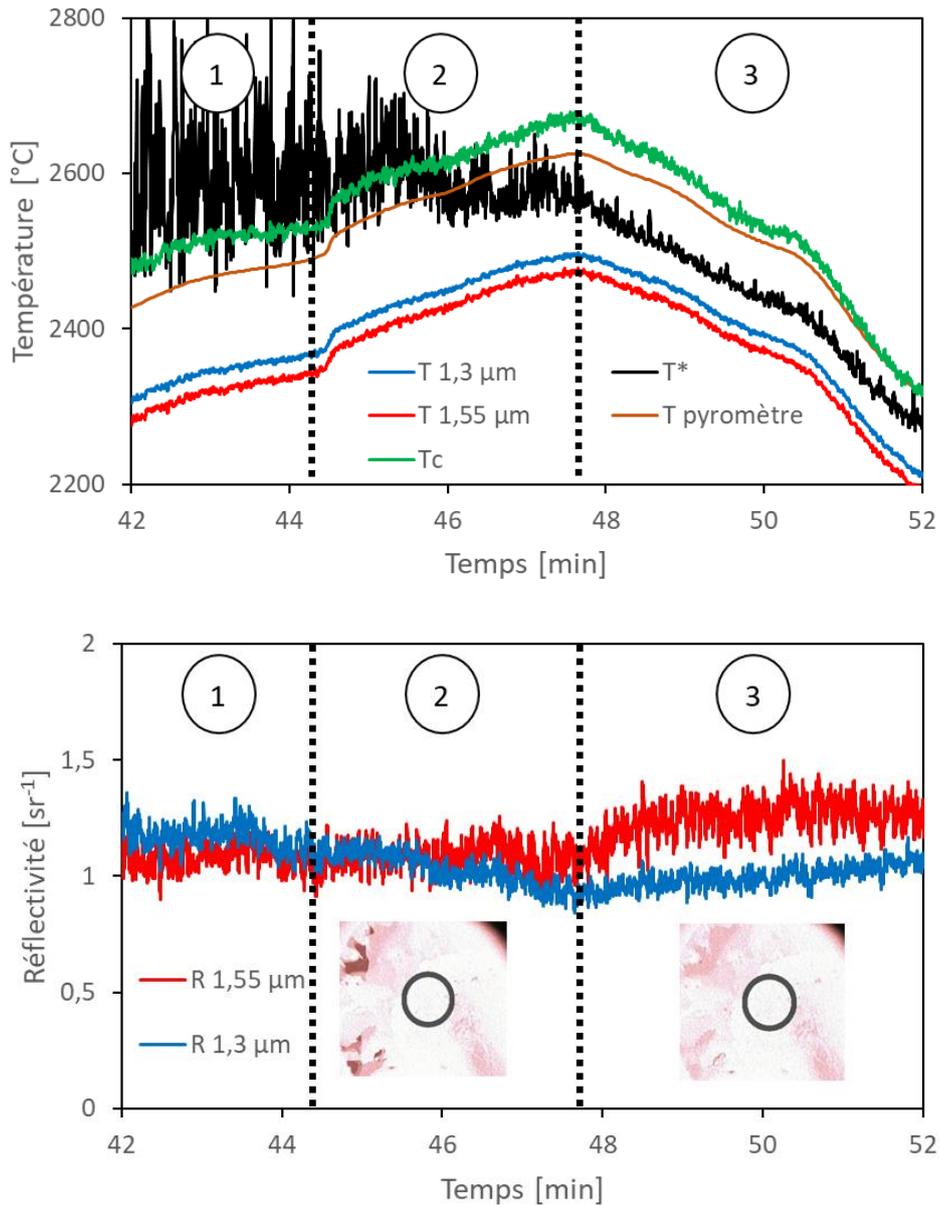


Figure 5.25 : Mesures pyrorélectométriques sur un mélange eutectique Re-C. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu\text{m}}$ et $T_{1,55 \mu\text{m}}$: températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre, $T_{\text{pyromètre}}$: température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu\text{m}}$ et $R_{1,55 \mu\text{m}}$: réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

Le mélange ruthénium – carbone a été chauffé jusqu'à 2200°C, soit environ 200°C au-dessus du point de fusion. La température pyrorélectométrique a pu être évaluée de 2000 à 2200°C avec une incertitude limitée à une dizaine de degrés, en raison des faibles valeurs de réflectivités. Comme prévu, les températures de luminance sont inférieures à la température pyrorélectométrique et la température bichromatique la surestime, en raison de l'ordre des réflectivités spectrales mesurées. Toutes les températures du pyrorélectomètre sont proches les unes des autres en raison des faibles réflectivités du mélange ruthénium – carbone, pouvant être expliquées par la présence du susceptible en graphite qui crée une cavité dont l'émissivité apparente est élevée. Les faibles réflectivités montrent toutefois que ces mesures ne sont pas parfaitement optimisées. Dans cet exemple, il est

probable que la distance entre la surface liquide et la tête optique ait légèrement varié à cause des dilatations thermiques du montage ce qui a pu engendrer un léger décalage dans la réflexion du laser sur la surface du mélange, décalage suffisant pour diminuer significativement les réflectivités. On constate que la transition de phase à l'état liquide a modifié l'ordre des réflectivités permettant l'évaluation de la température pyrorélectométrique sur la surface liquide. La température de fusion déterminée à la fois par la pyrorélectométrie et la pyrométrie sous-estime la valeur théorique de quelques dizaines de degrés. Des travaux précédents [34] ont montré que sur l'installation VITI les mesures de températures sur des points fixes eutectiques étaient inférieures aux valeurs théoriques. La conclusion de ce travail a été que la précision des mesures de températures est liée à l'homogénéité en température du four utilisé. Il est vraisemblable que le four VITI présente une hétérogénéité en température significative comparé aux fours utilisés par les laboratoires de métrologie, comme cela a été conclu par Clemente Parga dans sa thèse [35].

Le mélange rhénium – carbone a été chauffé jusqu'à 2600°C environ, soit une centaine de degrés au-dessus du point de fusion de la composition eutectique. La température pyrorélectométrique a pu être évaluée sur une partie de l'essai où le mélange eutectique était en phase liquide. Un plateau de température est visible sur la figure 5.25 à la fin de la zone 1, sur les températures de luminance du pyrorélectomètre et la température bichromatique à environ 2470°C sur le pyromètre, très proche de la valeur théorique de 2475°C. Dans les zones 1 et 2, la température pyrorélectométrique n'a pas pu être évaluée proprement en raison de l'égalité des réflectivités. Cela signifie du point de vue du matériau, qu'un phénomène de surface (transformation chimique, formation d'une croûte semi-transparente, ...) a affecté les mesures de réflectivités. Dans la zone 2, le visuel de la surface liquide n'est pas clair, en raison de la saturation de la caméra à partir de 2200°C environ, et ne permet pas de conclure sur l'état liquide et / ou solide de la surface. Les réflectivités montrent bien que la surface a changé progressivement dans la zone 2, pouvant traduire la formation ou la disparition d'une croûte. Des tâches noires (voir figure 5.25) sont en effet notables dans la zone 2 et disparaissent progressivement pour ne plus être visible dans la zone 3. Consécutivement à cette observation, les réflectivités se sont séparées l'une de l'autre permettant l'évaluation de la température pyrorélectométrique avec une incertitude de 20 degrés environ. La température déterminée est comprise entre 2400 et 2500°C avant d'entrer dans le domaine de surfusion. Ce mélange rhénium – carbone a en effet la particularité de présenter une surfusion très importante pouvant atteindre 250°C, conduisant à un pic de recalescence très important.

Les résultats obtenus sur ces deux mélanges eutectiques ont permis de réaliser les premières mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie sur une surface liquide. La transition de phase solide – liquide, par ailleurs détectée par les variations de réflectivités, rend instable les mesures de réflectivités et complexifie d'autant l'évaluation de la température pyrorélectométrique. Cependant, un réglage très précis des têtes optiques permet de pallier en partie ces difficultés, et de disposer de mesures de températures vraies pour le mélange ruthénium – carbone de 2000 à 2200°C et pour le mélange rhénium – carbone de 2400 à 2500°C.

4.3 Mesure sur un corps pur métallique : le fer

Les essais sur le fer ont été réalisés avec deux objectifs. Tout d'abord, ces essais permettent de montrer la faisabilité des mesures par pyrorélectométrie sur la surface métallique liquide d'un matériau dont la température de fusion est connue et dont les propriétés radiatives sont à peu près connues. Ensuite, ces mesures ont servi de support dans le cadre de travail de thèse sur l'oxydation du fer et du zirconium mené par Sarah Thilliez [8] au sein du même laboratoire et sur l'installation VITI.

4.3.1 Description des échantillons et de la configuration

Les échantillons de fer utilisés pour effectuer ces mesures sont très petits et justifiés par les besoins de Sarah Thilliez. Ces échantillons sont des pastilles de fer pur (99,99%) de 0,72g placées dans un creuset en alumine dont le diamètre interne est de 3mm. La température de fusion théorique du fer est de 1538°C [82].

La configuration expérimentale est celle donnée dans la figure 5.9 avec un creuset plus petit que pour les autres configurations. L'échelle pour le creuset n'est donc pas respectée par rapport aux autres éléments géométriques.

Les faibles dimensions du creuset nécessitent un réglage très précis de la tête optique pour viser la surface liquide uniquement. Concernant les mesures avec le pyrorélectomètre, cela ne pose pas de problème puisque la taille du spot de visée est de l'ordre de 2 à 3 mm, soit légèrement inférieure au diamètre interne du creuset. Concernant les mesures avec le pyromètre, la taille du spot de visée a été mesurée à 8-9mm environ, bien que le maximum du signal récupéré soit sur une zone d'environ 3 mm de diamètre, d'où des erreurs de mesures de température.

4.3.2 Mesures préliminaires

Les premières mesures effectuées sur le fer n'ont pas permis d'évaluer la température pyrorélectométrique dans la partie liquide à cause de difficultés à déterminer les réflectivités spectrales. Les mesures réalisées avec le pyrorélectomètre sont présentées dans la figure 5.26 avec l'affichage de deux cycles de fusion – solidification.

Sur la partie solide, les réflectivités sont mesurables, bien qu'elles ne soient pas dans le bon ordre empêchant ainsi l'évaluation de la température pyrorélectométrique (voir paragraphe 4 du chapitre 2). Les instants de fusion et de recalescence sont détectables à la fois sur les signaux en températures et en réflectivités. Les températures présentent en effet de fortes variations aux instants de changements d'états. Les réflectivités ont une évolution que l'on pourrait qualifier de binaire. Elles sont mesurables à l'état solide, mais chutent à l'état liquide. On peut noter que la température pyrorélectométrique peut être évaluée à l'état liquide car la réflectivité à la longueur d'onde de 1,55 μm n'est pas strictement égale à zéro, alors que celle à 1,3 μm est strictement égale à zéro, permettant l'évaluation d'une température pyrorélectométrique. Cependant, vus les signaux très faibles des réflectivités, cette température évaluée n'est pas considérée fiable.

Les résultats obtenus sur les réflectivités dans cette configuration démontrent que la tête optique est bien réglée pour viser sur un échantillon de petite taille, puisque le changement de phase entraîne la quasi impossibilité de détecter les signaux de réflectivités. Il est donc possible de régler très finement la tête optique pour réaliser des mesures par pyrorélectométrie sur une zone petite et très localisée. L'impossibilité des mesures de réflectivités sur la surface de fer liquide est probablement due à la nature très spéculaire du fer liquide. Le réglage de la tête optique semble donc être suffisamment bon pour viser l'échantillon de fer liquide, mais pas suffisamment pour détecter la réflexion spéculaire du laser. Il est probable que les angles γ , représentés sur la figure 5.7 et correspondant à l'angle de la tête optique par rapport à la normale, ne soient pas strictement identiques. Or, dans le cas d'une surface spéculaire, il est indispensable que ces angles soient aussi proches que possible l'un de l'autre.

Cet essai a donc été reproduit en optimisant le réglage de la tête optique et notamment la réflexion spéculaire, à l'aide d'un miroir plan.

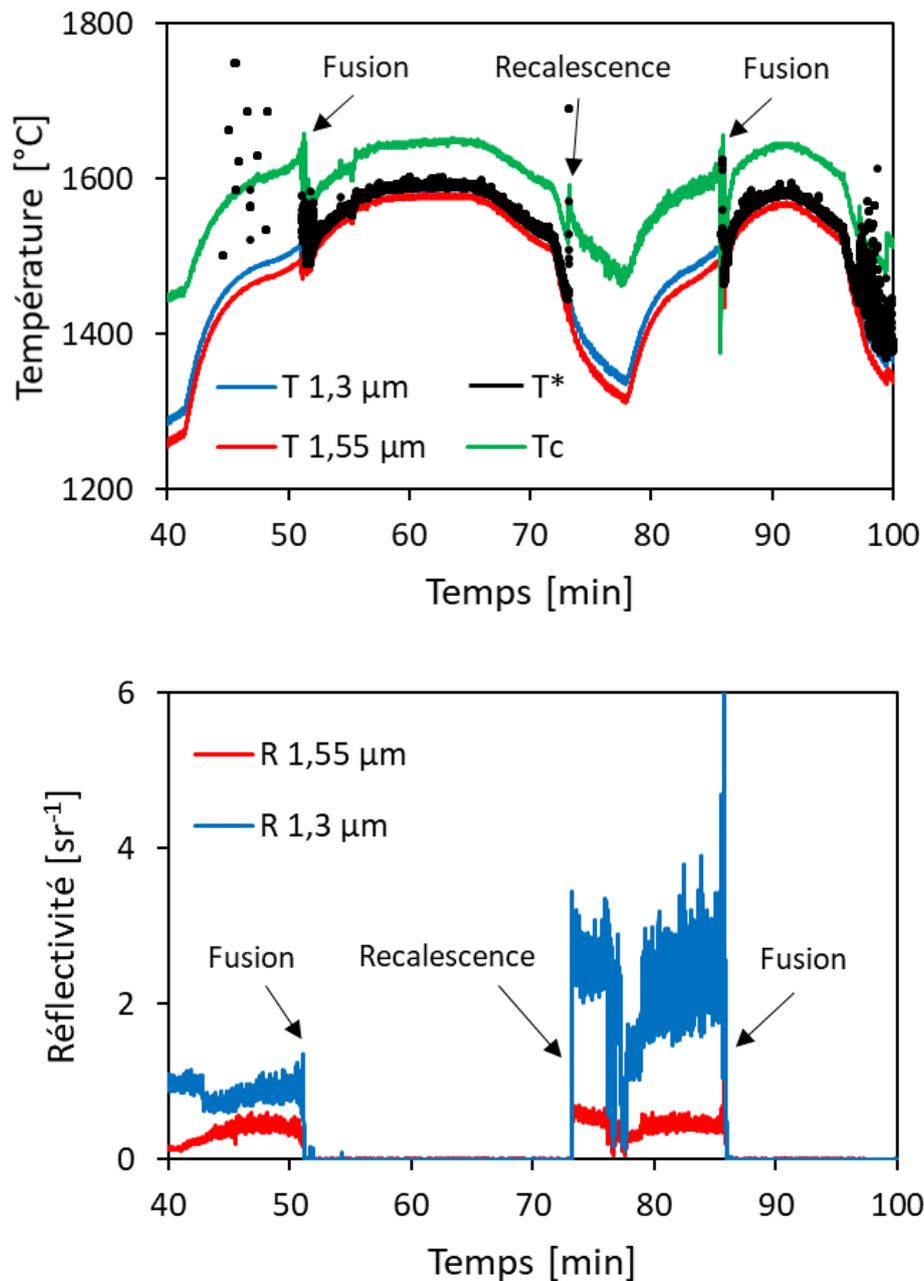


Figure 5.26 : Mesures pyrorélectométriques sur du fer pur. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu m}$ et $T_{1,55 \mu m}$: températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu m}$ et $R_{1,55 \mu m}$: réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

4.3.3 Résultats sur le fer

Après optimisation des réglages, les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont été rendues possibles sur le fer liquide et jusqu'à 200°C au-dessus de la température de fusion et sont présentés dans la figure 5.27. La température bichromatique du pyromètre est ajoutée aux températures du pyrorélectomètre, avec des visuels de la vidéo enregistrée par le pyromètre bichromatique.

Afin de visualiser nettement la transition de phase et de préserver le creuset en alumine, une vitesse de montée en température lente a été choisie : 30°C/minute.

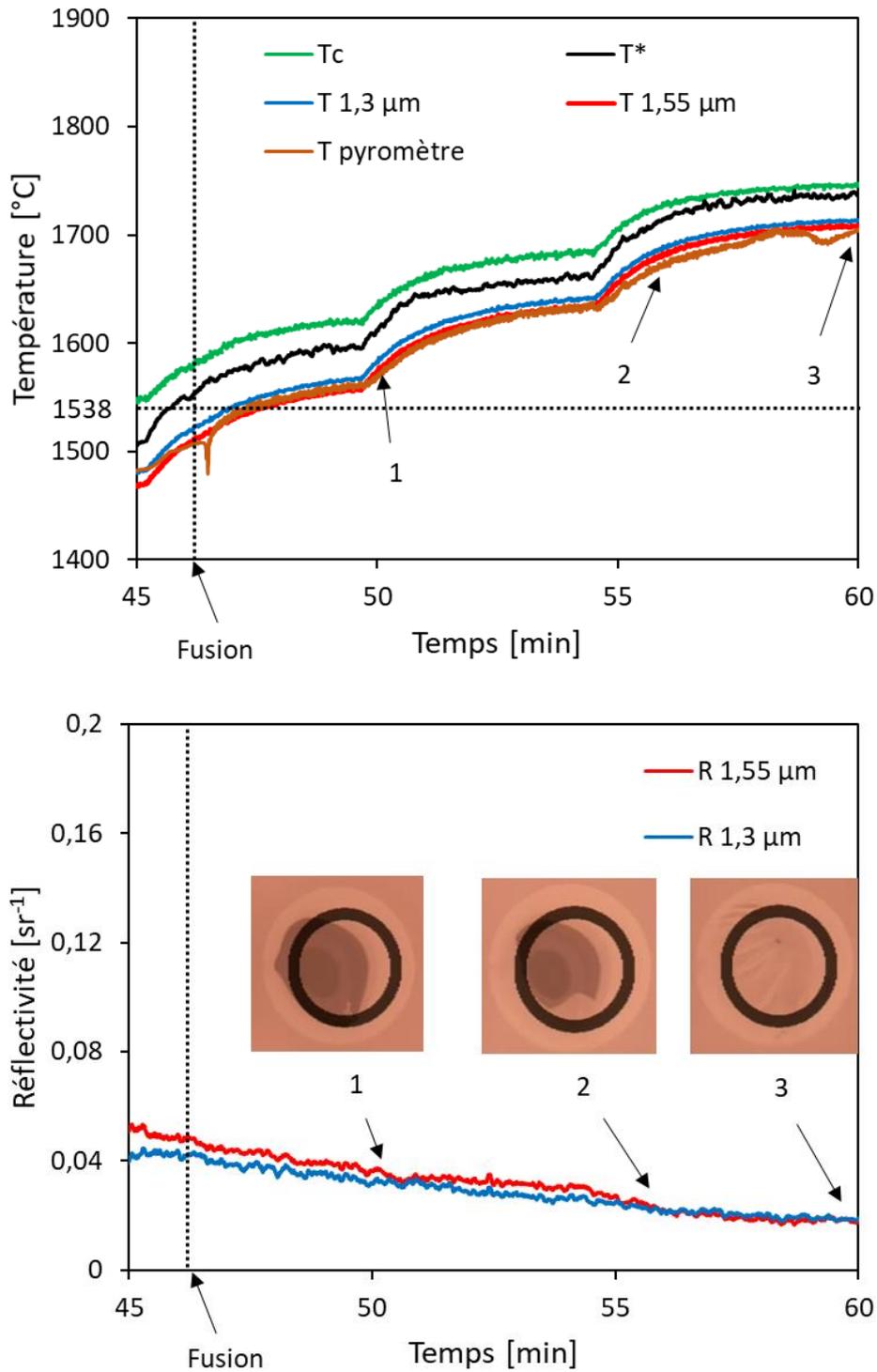


Figure 5.27 : Mesures pyrorélectrométriques sur du fer pur. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm, T* : température pyrorélectrométrique, Tc : température bichromatique du pyrorélectromètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm.

L'échantillon de fer pur a été chauffé jusqu'à 200°C au-dessus de sa température de fusion en trois paliers successifs. L'instant de la fusion a été déterminé à l'aide du visuel donné par le pyromètre. On peut voir la fin du plateau de fusion marquée par une variation rapide (baisse de la température sur un court instant) de la température bichromatique du pyromètre. La température pyrorélectométrique évaluée à la fusion est de 1550°C avec une incertitude calculée de 14 degrés, en accord avec la température de fusion théorique du fer de 1538°C. Ceci permet donc de valider la possibilité d'effectuer des mesures par pyrorélectométrie sur une surface métallique liquide. La température pyrorélectométrique a pu être évaluée sur l'intégralité de la phase liquide de l'essai avec une incertitude inférieure à 20 degrés.

Il convient de noter que la température bichromatique du pyromètre est inférieure à toutes les autres températures. De plus, la décroissance de l'émissivité du fer avec la longueur d'onde [83] engendre nécessairement une surestimation de la température bichromatique par rapport à la température vraie de la surface visée. Une grande part de l'explication réside dans la taille du spot de visée du pyromètre bichromatique qui est environ 3 fois supérieure au diamètre interne du creuset.

Au fur et à mesure de l'essai, les réflectivités baissent légèrement et se rapprochent l'une de l'autre, ce qui a conduit par la suite (hors de la zone de la figure) à une impossibilité d'évaluer la température pyrorélectométrique. Ces mesures ont été corrélées à l'observation de la surface du fer liquide, qui s'est progressivement recouvert d'une sorte de croûte blanchâtre, qui arrive par le bas de l'image. La croûte s'est propagée en quelques minutes à la surface du liquide (voir visuels de la figure 5.27). La formation de cette croûte est donc probablement la cause de l'évolution des réflectivités. L'hypothèse concernant cette croûte est attribuée à la formation d'une phase spinelle (FeAl_2O_4) suite à l'interaction entre le fer et le creuset constitué d'alumine. La température de fusion de la spinelle (FeAl_2O_4) étant 1780°C [84], sa formation permet donc l'apparition d'une croûte solide. Il aurait été intéressant de reproduire cet essai au-delà de 1780°C pour confirmer la formation de cette spinelle, mais des contraintes expérimentales n'ont pas permis cette confirmation.

Les résultats obtenus sur le fer ont permis de valider les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie sur une surface liquide, moyennant un réglage très fin de la tête optique en raison de la nature spéculaire de la surface de fer liquide. Ces mesures ont pu être effectuées de 1550°C à 1730°C.

4.4 Mesure sur un oxyde : l'alumine Al_2O_3

Les essais sur de l'alumine ont été réalisés afin de tester la méthode pyrorélectométrique sur un oxyde liquide. L'alumine a été choisie en raison de sa large utilisation sur l'installation VITI, ainsi que pour sa température de fusion de 2054°C [85] située au milieu de la gamme d'étalonnage du pyrorélectomètre, et en raison de son utilisation comme simulant pour du corium.

4.4.1 Description des échantillons et de la configuration

L'alumine utilisée pour ces mesures est mise en place dans un creuset en tungstène et sous la forme de granules de petites dimensions. Le creuset de diamètre interne 27 mm est rempli avec 61g de granules, ce qui permet d'obtenir après fusion un creuset rempli à mi-hauteur d'alumine.

L'essai est réalisé dans une atmosphère d'argon, permettant de considérer l'alumine opaque à l'état liquide, comme cela a été observé par Sarou-Kanian et al. dans [86]. Une atmosphère en oxygène n'aurait pas permis de faire cette hypothèse d'opacité indispensable à la pyrorélectométrie.

La configuration expérimentale est celle donnée dans la figure 5.9.

4.4.2 Mesures préliminaires

Les premiers essais effectués sur l'alumine n'ont pas permis d'évaluer la température pyrorélectométrique dans la partie liquide, du fait de difficultés à mesurer les réflectivités spectrales. Les mesures réalisées avec le pyrorélectomètre sont présentées dans la figure 5.28. La température pyrorélectométrique est affichée sur le graphique mais n'a pas pu être évaluée sur la quasi-totalité de l'essai, hormis quelques points identifiables par les barres verticales après la 40^e minute. La fusion et la solidification ont été détectées à l'aide de la vidéo du pyromètre bichromatique.

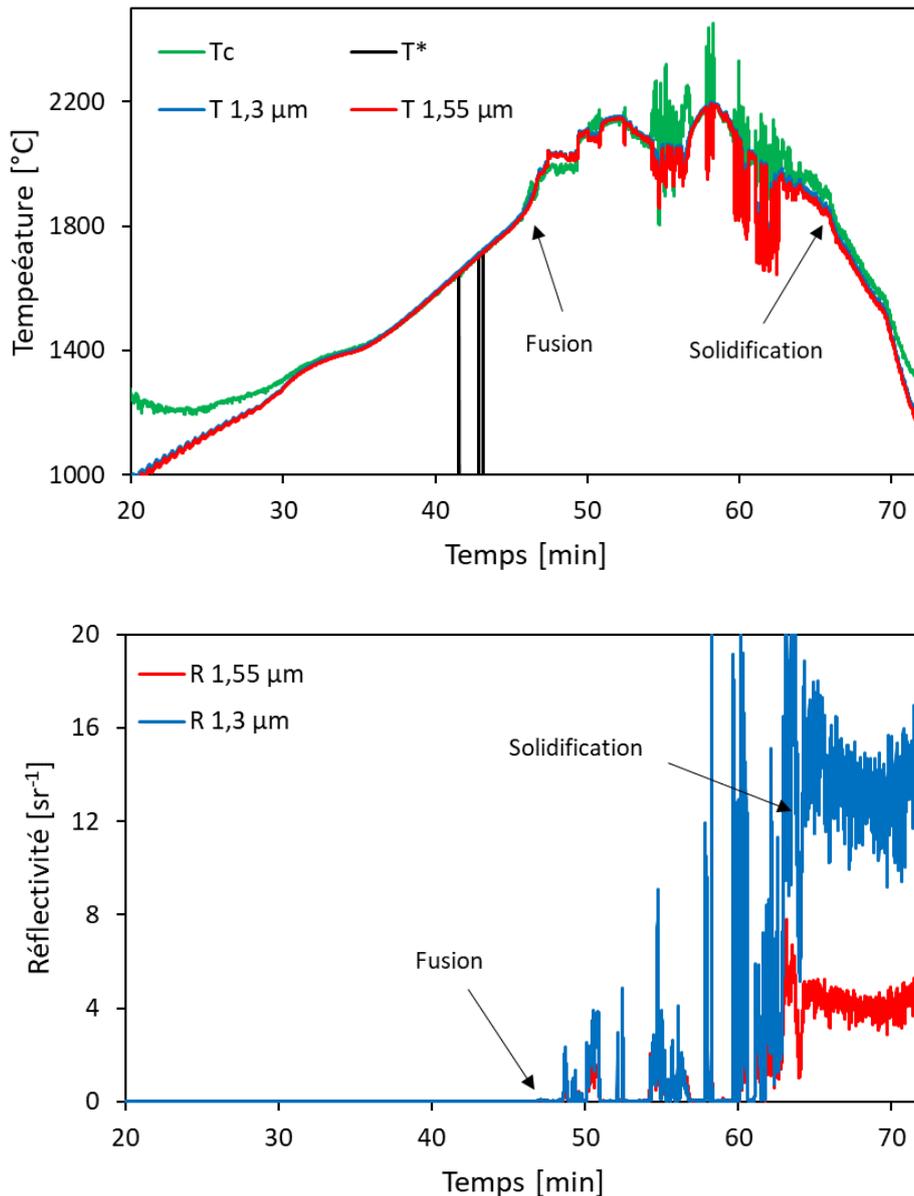


Figure 5.28 : Mesures pyrorélectométriques sur de l'alumine. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu m}$ et $T_{1,55 \mu m}$: températures de luminance à 1,3 µm et 1,55 µm, T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu m}$ et $R_{1,55 \mu m}$: réflectivités spectrales à 1,3 µm et 1,55 µm.

Dans la partie solide, les réflectivités sont égales à zéro car l'alumine est présente sous la forme de granules et la tête optique a été réglée en prévoyant un tassement des granules de moitié. Dès que l'alumine commence à fondre, la réflectivité varie énormément entre zéro et des valeurs élevées, voire très élevées (jusqu'à plusieurs centaines de stéradian sur d'autres essais que celui présenté). Ces fortes variations de la réflectivité sont dues à des mouvements de convection importants visibles sur la vidéo du pyromètre. La taille du creuset, plus grande que pour les essais précédents, pourrait expliquer la mise en place de cellules de convection. L'utilisation d'un creuset en tungstène, ayant des propriétés thermoradiatives différentes, peut aussi modifier les échanges de chaleur contribuant à la modification de la thermique du système.

A la solidification, les réflectivités se stabilisent à des valeurs élevées, bien que leurs variations restent significatives. Ces valeurs élevées suggèrent que le réglage approximatif de la tête optique, en anticipant un tassement des granules à mi-hauteur, est plutôt bon. Étant donné que des valeurs très élevées ont été observées pour les réflectivités lors d'autres essais, il semblerait que la réflectivité de l'alumine soit très importante, mais probablement moins spéculaire que le fer, facilitant ainsi le réglage de la tête optique.

Afin de parfaire les réglages, un essai consécutif est effectué à partir d'un creuset de tungstène rempli d'alumine ayant déjà chauffé une fois permettant à l'alumine de former un bloc solide et non un amas de granules.

4.4.3 Résultats sur l'alumine

Après avoir réglé la tête optique du pyrorélectomètre face à un creuset rempli d'un bloc d'alumine solide, les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont été réalisées sur l'alumine liquide entre 2000 et 2100°C. Les résultats sont présentés dans la figure 5.29. La température bichromatique du pyromètre est ajoutée aux températures du pyrorélectomètre.

Le système est chauffé un peu plus rapidement que les essais précédents, à un rythme de 50 degrés par minute environ.

La fusion de l'alumine a pu être observée à l'aide de la vidéo intégrée au pyromètre. L'alumine a commencé à fondre au début de la zone 2, identifiée sur la figure 5.29, où l'on peut noter la présence d'un plateau de température d'approximativement une minute. La température de fusion relevée est de 2072°C pour la température bichromatique du pyromètre et 1972°C pour la température pyrorélectométrique, alors que la température de fusion théorique de l'alumine est de 2054°C [87]. Simultanément à la fusion, il n'a pas été observé de changement majeur sur la réflectivité hormis une augmentation progressive de la réflectivité à 1,55 μm , sans explication particulière. Ceci est dû à la présence d'un fragment de croûte positionné au centre du creuset, visible dans la figure 5.30. Les mesures par pyrométrie et par pyrorélectométrie sont donc effectuées sur une partie solide, justifiant la relative stabilité des réflectivités dans la zone 2.

Ce fragment solide est par la suite déstabilisé par les mouvements de convection qui se mettent en place tout autour. Ce morceau s'est ensuite décalé sur la partie gauche (voir figure 5.30) au début de la zone 3, permettant au pyromètre et au pyrorélectomètre de mesurer la température sur une partie liquide. Ceci a eu pour conséquence immédiate d'engendrer des variations très importantes sur les réflectivités ainsi que les différentes températures du pyrorélectomètre, rendant donc difficile une évaluation précise de la température pyrorélectométrique. Les mouvements de convection et les microparticules solides passant devant la zone de visée provoquent ces variations des signaux en réflectivités et en températures.

Dans la zone 4, plusieurs fragments se forment (voir figure 5.30) contribuant à la stabilisation des mouvements de convection, et entraînant une stabilisation des signaux en réflectivités et en

températures. Ces mesures sont a priori effectuées sur une partie solide dans cette zone. La surchauffe de l'alumine n'a pas suffi à faire disparaître ces morceaux de croûte. Les faibles valeurs de réflectivités dans la zone 4 conduisent à une température pyrorélectométrique qui semble être trop faible par rapport aux températures de luminance et la température bichromatique. De même, la température pyrorélectométrique semble trop faible dans la zone 2, ce qui est confirmé par la température de fusion mesurée à 1972°C avec le pyrorélectomètre, comparé à 2054°C pour la valeur théorique.

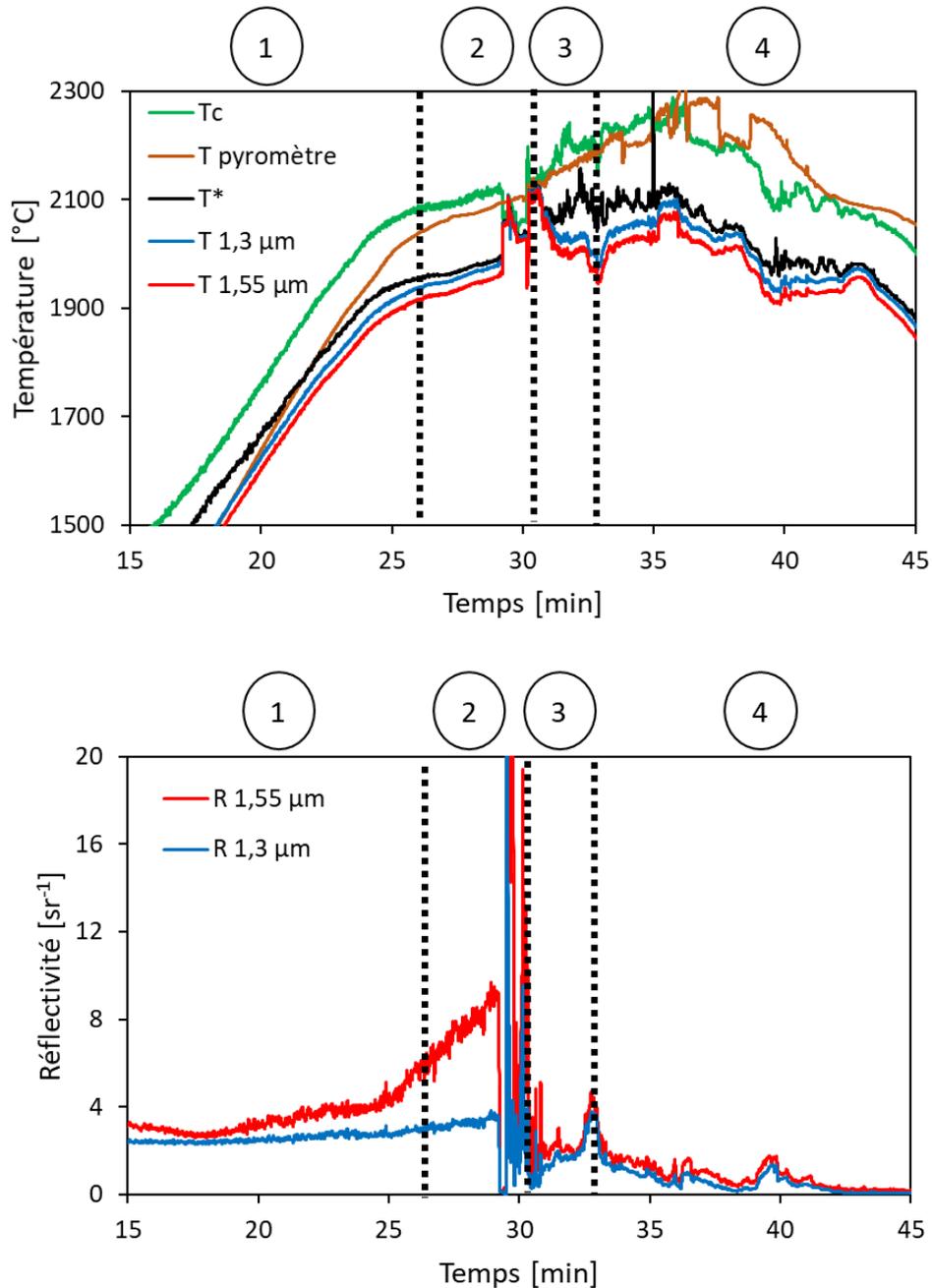


Figure 5.29 : Mesures pyrorélectométriques sur de l'alumine. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T* : température pyrorélectométrique, Tc : température bichromatique du pyrorélectomètre, T pyromètre : température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

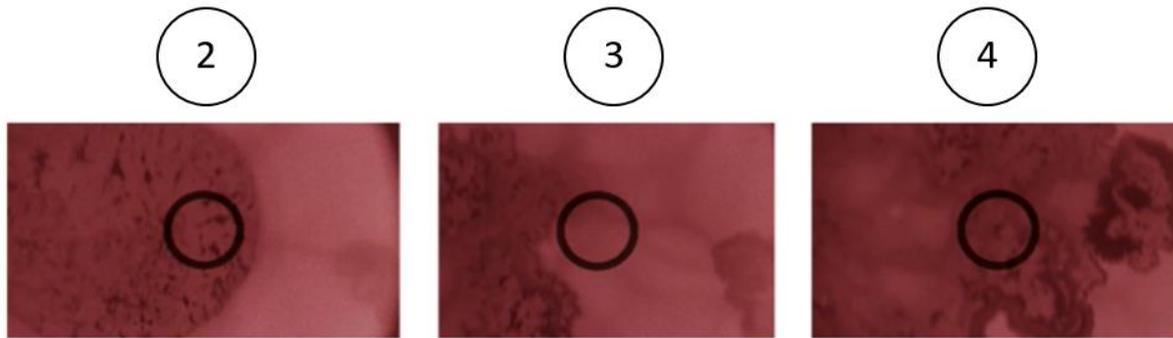


Figure 5.30 : Visuels du pyromètre vidéo sur l'alumine liquide pour les zones 2 à 4. Le cercle noir symbolise la visée du pyromètre bichromatique.

Ces mesures effectuées sur de l'alumine se sont avérées complexes en raison des mouvements importants à la surface liquide et la présence probable de croûte. L'évaluation de la température pyrorélectométrique a toutefois été possible de 2000 à 2100°C, avec une incertitude calculée d'une vingtaine de degrés environ. Cette incertitude ne tient pas compte des variations de températures et de réflectivités, ce qui ne permet pas de considérer la température pyrorélectométrique avec une incertitude aussi faible que calculée compte tenu de l'évolution de l'état de la surface au cours de cet essai.

4.5 Mesure sur un alliage métallique : l'acier 18MND5

Les essais sur l'acier 18MND5 ont été réalisés afin de montrer la faisabilité des mesures pyrorélectométriques sur un métal, qui n'est pas un corps pur et dont les propriétés radiatives ne sont pas connues. Cet acier en particulier a été sélectionné car il compose les générateurs de vapeurs des réacteurs français à eau pressurisé.

4.5.1 Description des échantillons et de la configuration

L'acier 18MND5 utilisé se présente originellement sous la forme d'un bloc cylindrique de diamètre 25mm et placé dans un creuset en zircone de diamètre interne 27mm. Les échantillons pèsent environ 170g et ont une température de fusion comprise entre 1500 et 1550°C [6]. La composition de cet acier est détaillée dans le tableau 5.2.

Fe	Mn	Ni	Mo	C	Si	Cr	P	S
Balance	1,2-1,6	0,5-0,8	0,45-0,55	0,2	0,1-0,3	0,15	0,008	0,005

Tableau 5.2 : Composition massique (%) de l'acier 18MND5.

La configuration expérimentale est celle donnée dans la figure 5.9.

4.5.2 Mesures préliminaires

Les premières mesures effectuées sur l'acier 18MND5 n'ont pas permis d'évaluer la température pyrorélectométrique dans la partie liquide à cause de difficultés à mesurer les réflectivités spectrales. Les mesures réalisées avec le pyrorélectomètre pour deux essais différents sont présentées dans la

figure 5.31 et dans la figure 5.32. La température pyrorélectométrique n'est pas affichée pour le premier essai, car elle n'a pas pu être évaluée du fait des signaux de réflectivités qui ne sont pas dans le bon ordre (voir paragraphe 4 du chapitre 2). La fusion et la solidification ont été détectées à l'aide de la vidéo du pyromètre bichromatique.

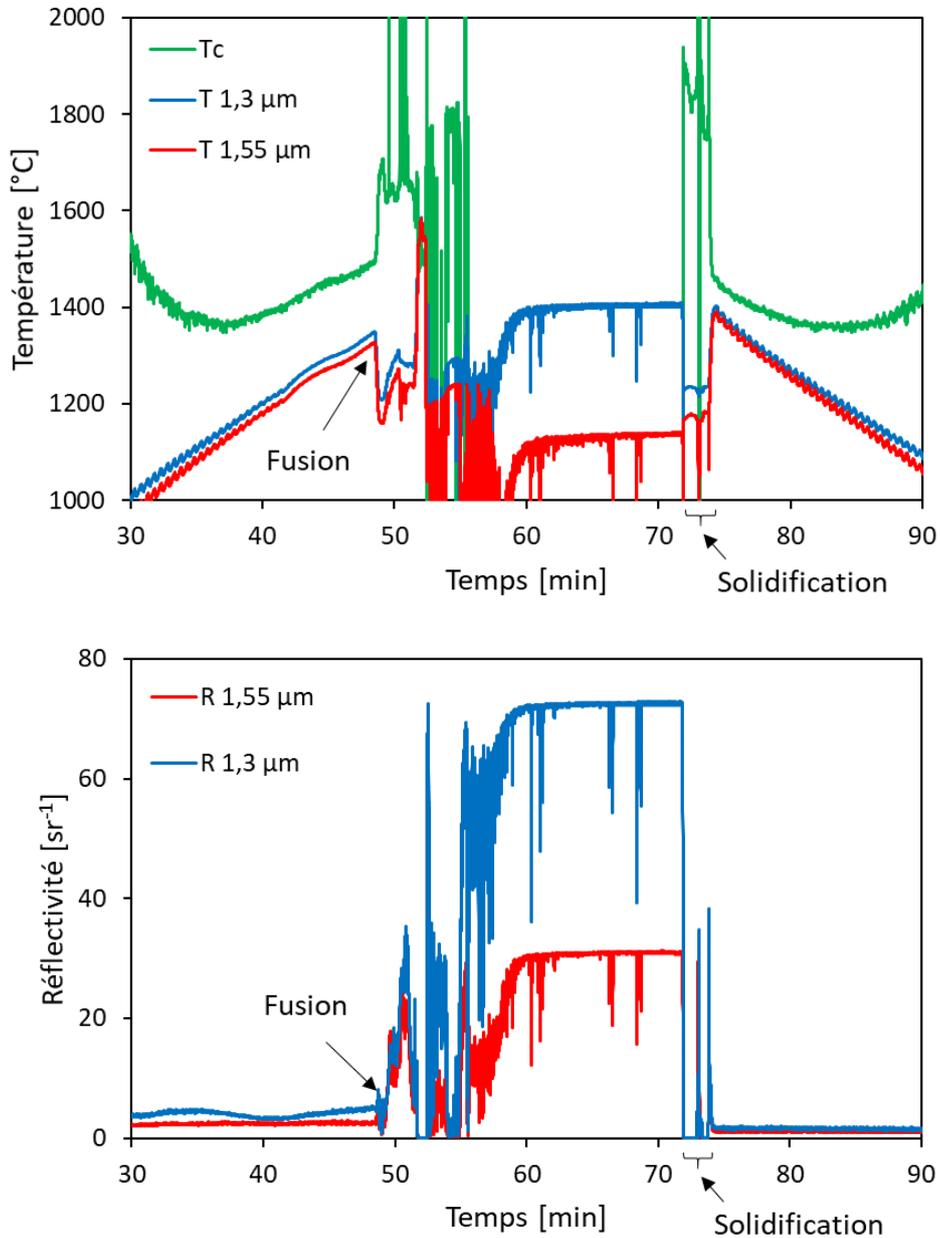


Figure 5.31 : Mesures pyrorélectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 μm et T 1,55 μm : températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , Tc : température bichromatique du pyrorélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 μm et R 1,55 μm : réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

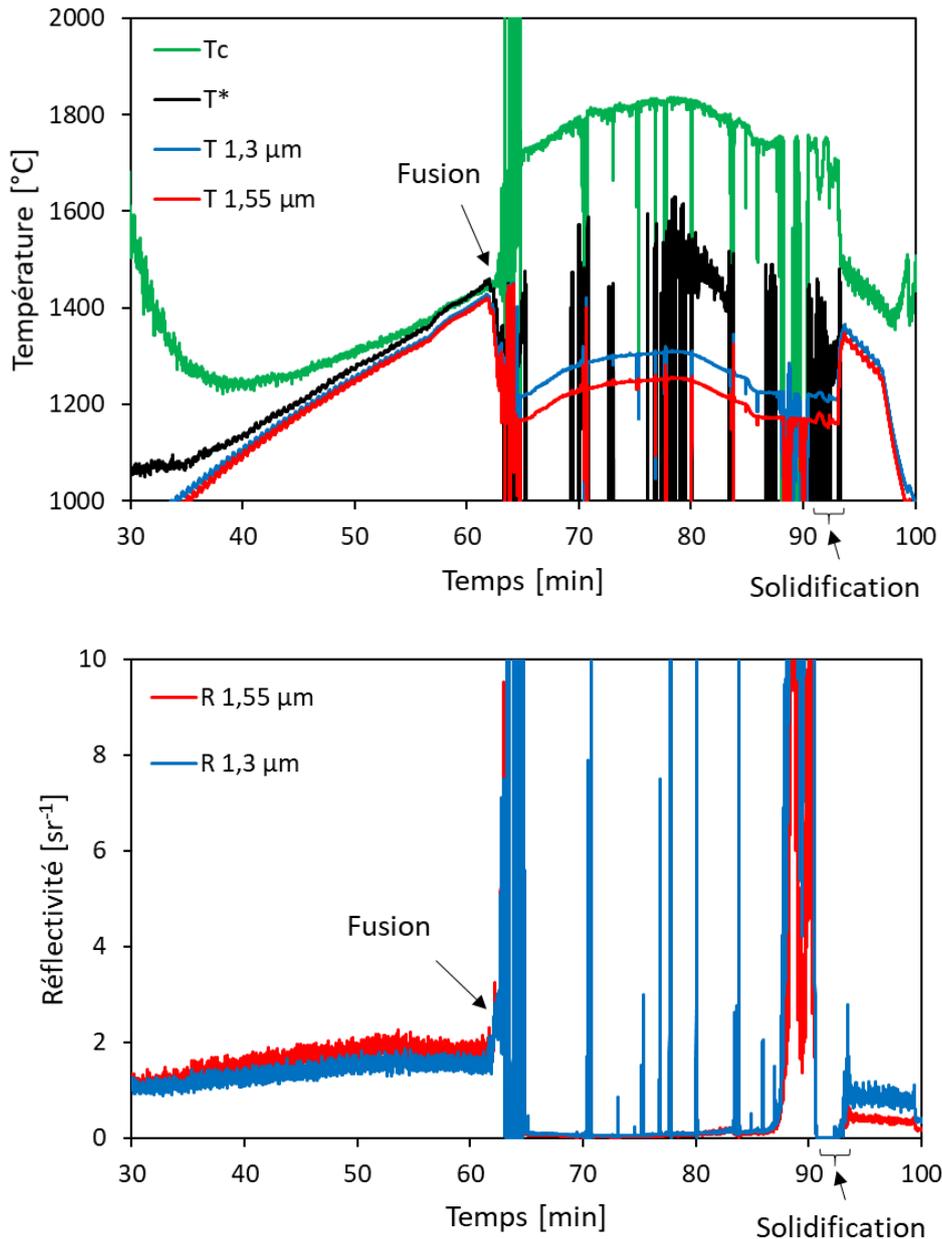


Figure 5.32 : Mesures pyrорélectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : T 1,3 µm et T 1,55 µm : températures de luminance à 1,3 µm et 1,55 µm, Tc : température bichromatique du pyrорélectomètre. Mesures de réflectivités (en bas) : R 1,3 µm et R 1,55 µm : réflectivités spectrales à 1,3 µm et 1,55 µm.

Dans la partie solide, les réflectivités mesurées sont plutôt faibles. Elles sont dans le bon ordre dans le deuxième essai montré figure 5.32, permettant l'évaluation de la température pyrорélectométrique à l'état solide.

À l'instant de la fusion, les températures de luminance du pyrорélectomètre décroissent de 100 à 200 degrés et la température bichromatique sur la figure 5.32 augmente de 250 degrés. Ceci est probablement la conséquence d'un changement d'émissivité due à la transition de phase solide – liquide. Les émissivités sont très vraisemblablement plus faibles et plus écartées l'une de l'autre. Dans le même temps, les réflectivités augmentent très significativement et deviennent très instables le temps

que l'intégralité de l'acier fonde. L'évolution des températures de luminance à la fusion a été observée de façon similaire sur des oxydes [80, 81], traduisant une diminution de l'émissivité spectrale.

À l'état liquide, lorsque l'intégralité de l'acier est fondue, on observe deux situations très différentes entre ces deux essais. Dans le premier à la figure 5.31, les réflectivités se stabilisent à un niveau très élevé entraînant une saturation des photodiodes, ce qui contraint les températures de luminance à plafonner. Alors que dans le deuxième essai à la figure 5.32, les réflectivités chutent à zéro. Les pics de réflectivités qui restent présents de temps en temps sont dus à des particules solides pouvant passer devant le spot de visée, ou des perturbations extérieures au système entraînant des vibrations de la surface liquide.

Après la solidification, les réflectivités se stabilisent à un niveau plutôt faible. Mais, dans les deux cas, l'ordre des réflectivités ne permet pas l'évaluation de la température pyrorélectométrique.

Plusieurs essais ont été réalisés sur cet acier et ont pu mettre en évidence une très forte réflectivité, due au caractère spéculaire de la surface métallique liquide. Afin de permettre des mesures par pyrorélectométrie sur ce type de surface, il est indispensable de bien régler la tête optique afin de capter le signal réfléchi sur la surface métallique liquide, tout en veillant à ne pas saturer les photodiodes en ajustant leur puissance en fonction de l'échantillon visé.

4.5.3 Résultats sur l'acier 18MND5

Le réglage optimisé de la tête optique a permis d'effectuer des mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie sur l'acier 18MND5 à l'état liquide juste au-dessus du point de fusion. Les résultats sont présentés dans la figure 5.33, où la température bichromatique du pyromètre est ajoutée. La fusion de l'acier a pu être visualisée à l'aide de la vidéo du pyromètre bichromatique et du plateau de température visible sur le pyromètre et la température de luminance à 1,3 μm .

Le système est chauffé à une vitesse de l'ordre de 25 degrés par minute.

Dans les zones 1 et 2, l'acier 18MND5 est sous forme solide et la température pyrorélectométrique a pu être évaluée puisque les réflectivités sont dans le bon ordre. Cependant, dans la zone 2, la photodiode centrée à 1,55 μm a commencé à saturer en raison de l'augmentation de la réflectivité qui était déjà élevée. Ceci a conduit à l'impossibilité d'évaluer proprement la température de luminance à 1,55 μm dans cette zone. La température pyrorélectométrique ne peut donc pas être déterminée avec beaucoup de fiabilité à cause des fortes variations que présentent la température de luminance à 1,55 μm . Comme indiqué dans le paragraphe précédent, les températures de luminance décroissent juste après la fusion en raison de la probable modification des propriétés radiatives de l'acier à la transition de phase (voir les articles [80, 81]).

À l'état liquide et dans la zone 3, les réflectivités varient très significativement en passant de valeurs très élevées à zéro. Ceci est dû à des mouvements très importants qui ont pu être observés à la surface du creuset à l'aide de la vidéo du pyromètre bichromatique. Ces mouvements ne s'apparentent pas à des mouvements de convection comme il a pu être observé avec l'alumine (voir paragraphe 4.4), mais plutôt à des mouvements aléatoires ne permettant pas d'identifier d'éventuelles cellules de convection. Ces mouvements ont de toute façon un impact très significatif sur les réflectivités et donc sur l'évaluation de la température pyrorélectométrique.

Dans la zone 4, ces mouvements cessent permettant aux réflectivités de se stabiliser et ainsi de permettre une évaluation de la température pyrorélectométrique avec une incertitude calculée de 50 degrés environ. L'incertitude est supérieure à celles calculées pour les matériaux en raison de la dispersion relative des réflectivités qui est plutôt élevée. Les réflectivités se stabilisent à un très faible niveau (échelle réduite sur la figure), comparativement aux valeurs à l'état solide. Le réglage de la tête optique a donc été suffisant pour détecter du signal sans que les photodiodes n'aient saturées (sauf

une légère saturation avant la fusion pour la longueur d'onde à 1,55 μm). La température pyrorélectométrique déterminée semble toutefois assez basse comparée aux températures de luminance et surtout comparée à la température de fusion de l'acier, car $T^* < T_{fusion}$ et l'échantillon semble liquide dans cette zone.

Les deux pics de température observés sur la température bichromatique du pyromètre sont dus pour le premier à la fusion de l'acier, et pour le second à des perturbations importantes observées à la surface liquide. L'augmentation soudaine de la température bichromatique du pyromètre à la fin de la zone 4 est due à un déplacement de celui-ci sur une zone plus sombre, dont l'écart entre les deux émissivités du pyromètre doit être supérieur.

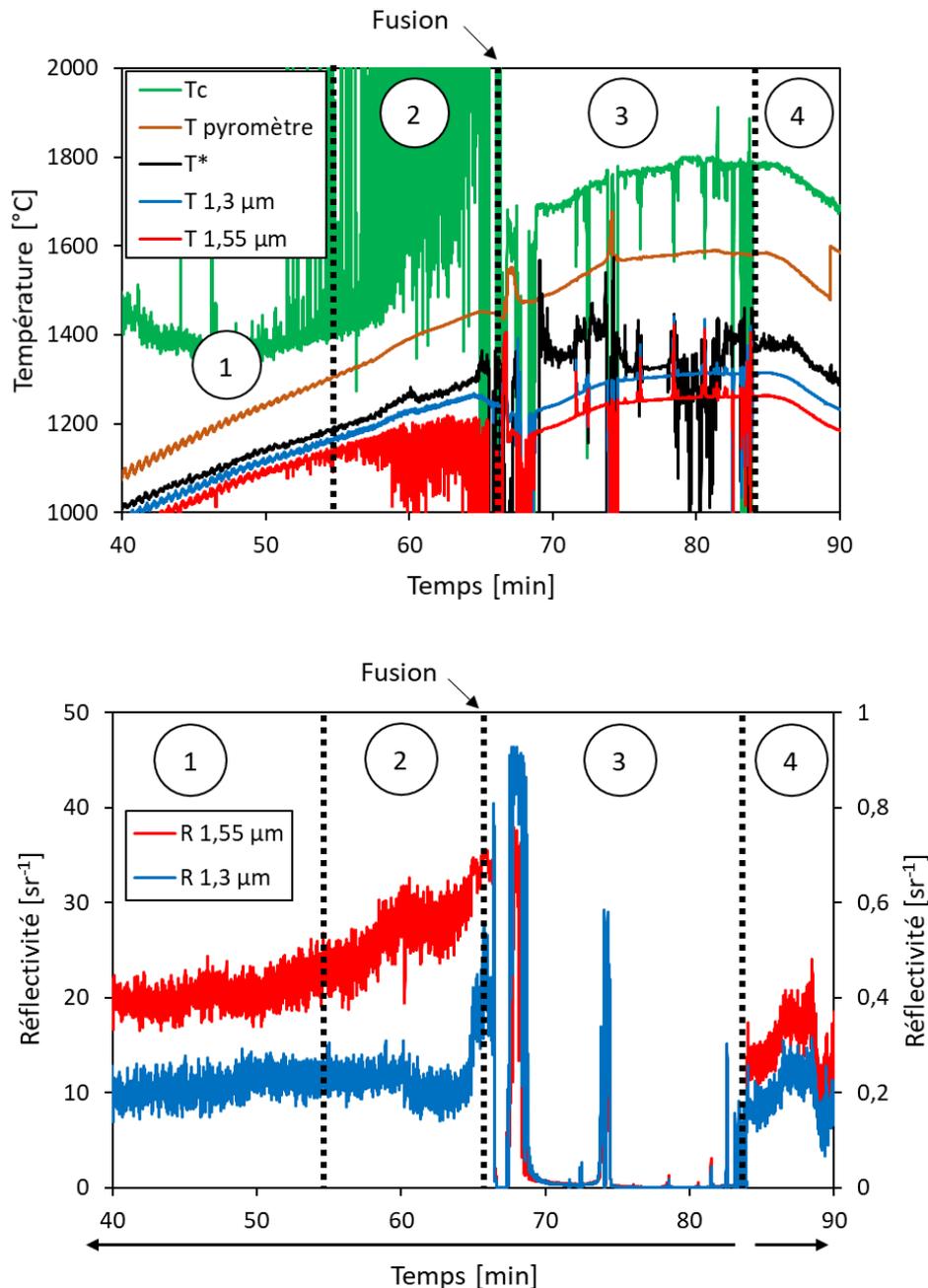


Figure 5.33 : Mesures pyrorélectométriques sur de l'acier 18MND5. Mesures de températures (en haut) : $T_{1,3 \mu\text{m}}$ et $T_{1,55 \mu\text{m}}$: températures de luminance à 1,3 μm et 1,55 μm , T^* : température pyrorélectométrique, T_c : température bichromatique du pyrorélectomètre, $T_{\text{pyromètre}}$: température bichromatique du pyromètre. Mesures de réflectivités (en bas) : $R_{1,3 \mu\text{m}}$ et $R_{1,55 \mu\text{m}}$: réflectivités spectrales à 1,3 μm et 1,55 μm .

Ces mesures effectuées sur de l'acier 18MND5 ont été les plus complexes à obtenir en raison de la réflectivité très spéculaire d'une surface métallique liquide et de mouvements pouvant se produire au sein de l'échantillon. La température pyrorélectométrique a tout de même pu être évaluée avec une incertitude de 50°C environ, soit 3% de la température.

5 Perspectives

Les mesures par pyrorélectométrie ont pu être réalisées sur différents matériaux à l'état liquide à l'aide d'un pyrorélectomètre pouvant fonctionner jusqu'à 2500°C environ, une tête optique développée précisément pour l'installation VITI et une méthode de post-traitement développée spécifiquement pour ces mesures.

Dans ce paragraphe, plusieurs idées sont suggérées afin d'améliorer et de faciliter les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie sur des surfaces liquides. Une utilisation complémentaire de la pyrorélectométrie est aussi proposée.

La difficulté des mesures sur des surfaces liquides réside très souvent sur l'aspect spéculaire de ces surfaces et donc des réflectivités élevées. Pour pallier cette difficulté, il pourrait être envisageable d'insérer en cours d'essai un filtre infrarouge sur la tête optique dédiée à l'émission laser, afin d'atténuer le signal réfléchi et d'éviter la saturation des photodiodes. La transmission de ce filtre serait très bien caractérisée au préalable et une modification du logiciel de supervision pourrait intégrer en direct ce changement de transmission. Il pourrait même y avoir plusieurs filtres disponibles pouvant être utilisés selon le niveau de réflectivité. En pratique, cela consisterait à l'ajout d'un logement sur la tête optique permettant de mettre en place facilement un ou plusieurs filtres sans faire bouger l'ensemble du dispositif.

Une autre difficulté liée à l'aspect spéculaire des surfaces liquides est que la fonction de distribution des réflectivités bidirectionnelles peut être très resserrée autour d'une direction privilégiée. Les réglages de la tête optique doivent donc être extrêmement précis pour trouver le compromis entre la détection du signal réfléchi sans saturer les photodiodes. Pour faciliter le réglage de la tête optique, une motorisation des vis de réglages des supports 5 et 6 représentés dans la figure 5.7 et la figure 5.8 permettrait d'effectuer un réglage beaucoup plus fin. De plus, ce système de motorisation pourrait permettre de sauvegarder (ou identifier) un réglage optimal et ainsi donner la possibilité de modifier le réglage sans risquer de ne pas pouvoir retrouver le réglage optimal. Cela pourrait être très utile en cours d'essai si une petite modification du réglage est nécessaire suite à une éventuelle modification de la surface liquide visée.

La tête optique actuelle présente un angle γ (voir figure 5.7), d'environ 8°. Or, plus cet angle est petit, plus la zone de réglage relative de la tête optique est réduite, facilitant ainsi son réglage. Une nouvelle tête optique moins encombrante pourrait donc être développée afin de réduire l'angle γ , ce qui permettrait d'optimiser plus facilement le réglage de la tête optique et faciliter les mesures sur des surfaces spéculaires. Une tête optique composée d'un seul bloc serait l'idéal pour effectuer des mesures en incidence normale.

La tête optique actuelle est fixée sur le dessus du four et elle est réglée de telle sorte que la mesure de température s'effectue à l'endroit choisi lors du réglage. Or, il pourrait être intéressant de pouvoir déplacer latéralement la tête optique afin de balayer la surface liquide considérée et effectuer les mesures pyrorélectométriques en plusieurs zones de l'échantillon. Pour cela, il faudrait placer la tête optique sur une table de translation horizontale, motorisable ou non, selon les deux axes du plan horizontal.

Une difficulté liée aux mesures sur des surfaces liquides et que la distance de travail entre cette surface et la tête optique peut varier au cours de l'essai, et particulièrement au moment de la transformation de phase en raison d'un éventuel changement du coefficient de dilatation thermique. De plus, les dilatations thermiques de l'ensemble du système contribuent à faire varier la distance de travail de l'ordre de quelques millimètres, ce qui est suffisant pour gêner les mesures de réflectivités sur une surface spéculaire. L'idéal serait donc de pouvoir mesurer la distance entre la surface visée et la tête optique, soit à l'aide d'un instrument séparé comme un télémètre, soit en exploitant une partie du signal laser émis pour effectuer les mesures de réflectivités. La distance de travail pourrait ensuite être ajustée à l'aide d'une table micrométrique motorisée asservie en position sur laquelle reposerait l'intégralité du système étudiée (échantillon, éléments chauffants et support).

La complexité du réglage de la tête optique est notamment due au fait que l'on travaille « en aveugle », puisque les longueurs d'ondes du pyroréfectomètre sont dans le proche infrarouge. Le pyroréfectomètre pourrait donc être adapté avec l'ajout d'un laser visible intégré afin d'envoyer au choix dans la fibre optique le laser infrarouge ou le laser visible. Sur le dispositif actuel, il serait nécessaire de déconnecter les fibres optiques du boîtier, ce qui affecterait de manière importante les mesures et ainsi invaliderait un étalonnage en température, qui ne peut pas être effectué avant chaque essai. Avec le dispositif actuel, il n'est donc pas possible de travailler avec un laser visible pour les réglages avant chaque essai. La limite de cet ajout d'un laser visible est que l'indice de réfraction du laser est différent d'une longueur d'onde à une autre. La taille et la position du spot de visée dans le visible peut donc être différente de la taille et la position du spot dans l'infrarouge.

Enfin, le pyroréfectomètre pourrait être utilisé pour d'autres applications en plus de la mesure de très hautes températures. Une continuité à cette thèse est envisagée dont le but est d'une part de caractériser une surface liquide par la méthode de la pyroréfectométrie et d'autre part et simultanément de développer l'interférométrie laser [88, 89, 90], appliquée à des surfaces liquides perturbées par des ondes gravito-capillaires. L'interférométrie consistera à scanner la surface perturbée, dont l'analyse fréquentielle permettra de mesurer certaines propriétés thermophysiques, comme la masse volumique, la tension de surface ou la viscosité.

Conclusion

Des mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie jusqu'à 2500°C ont été réalisées sur différentes surfaces de matériaux solides et liquides, oxydes et métallique, au sein de l'installation VITI de la plateforme accident grave PLINIUS. Ces mesures ont pu être effectuées suite au développement d'une instrumentation spécifique, à sa mise en place et à sa qualification dans l'installation VITI, l'étalonnage du dispositif et ses réglages avant essai. Le pyrorélectomètre a été développé par le laboratoire PROMES au four solaire d'Odeillo et adapté pour les besoins de mesures à très hautes températures de l'installation VITI. L'objectif de ces mesures est de pouvoir présenter les résultats originaux obtenus sur des surfaces liquides et de pouvoir valider, sur des échantillons de tungstène solide, le modèle Comsol développé au chapitre 4.

Le pyrorélectomètre fonctionne en association avec une tête optique permettant de régler la taille du spot de visée sur la surface considérée. La tête optique a évolué à plusieurs reprises tout au long de ce travail pour s'adapter aux besoins spécifiques aux mesures par pyrorélectométrie sur des surfaces liquides. Le système retenu, le plus optimisé pour ces mesures, consiste en deux blocs de deux lentilles dédiées à l'émission du laser et la réception du signal thermique et réfléchi. Les lentilles sont fixées sur des rails permettant un réglage simplifié, précis et robuste afin d'obtenir un spot de visée de l'ordre de 2 mm environ.

L'étalonnage précis en température reste un prérequis pour ce type d'instrument et peut être effectué à l'aide de cellules à points fixes eutectiques dont les températures de fusion sont connues avec une grande précision (< 1K). Une optimisation de l'étalonnage en température a permis de réduire la dépendance de l'incertitude totale sur la mesure de la température pyrorélectométrique à l'étalonnage en température. Cette optimisation a consisté à passer d'un étalonnage sur corps noir sur treize points de températures (incertitudes comprises entre 5 et 13K pour chacun de ces treize points) à un étalonnage sur cellules à points fixes eutectiques sur trois points de températures (incertitude prise égale à 1K pour ces trois points).

Les premières mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont été réalisées sur des échantillons solides de tungstène avec un double objectif. Premièrement, ces essais ont permis de valider la mise en place du pyrorélectomètre sur l'installation VITI avec un matériau sur lequel la méthode a déjà été validée. Deuxièmement, ces essais ont servi à la validation du modèle Comsol développé au chapitre 4. La comparaison des données expérimentales avec le modèle Comsol a permis de valider le modèle en accord avec les incertitudes expérimentales calculées. Cette validation a été effectuée sur plusieurs configurations, à l'exception de la configuration présentant un rayon de 5mm, où le modèle sous-estime un peu la température déterminée expérimentalement.

Les mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont ensuite été réalisées sur des surfaces liquides, consistant ainsi en des résultats originaux pour cette méthode. Différents matériaux ont été considérés recouvrant une large gamme de température, et aux propriétés thermoradiatives plus ou moins connues. Après une optimisation du protocole expérimental, des mesures par pyrorélectométrie ont pu être effectuées sur des surfaces liquides pour quatre matériaux différents : des mélanges eutectiques ruthénium – carbone et rhénium – carbone, du fer, de l'alumine et de l'acier 18MND5. Ceci a permis de tester la faisabilité de la méthode sur des mélange métal – carbone, des métaux (corps pur et alliages) et des oxydes.

La méthode de la pyrorélectométrie a pu être appliquée sur le mélange eutectique ruthénium – carbone entre 2000 et 2200 °C avec une incertitude d'une dizaine de degrés et sur le mélange eutectique rhénium – carbone entre 2400 et 2500°C avec une incertitude de 20°C. Ces incertitudes sont plutôt faibles en raison des faibles valeurs de réflectivités.

Un corps pur métallique a ensuite été testé permettant de valider la méthode de la pyrorélectométrie sur un échantillon de fer pur entre 1550 et 1730 °C, avec une incertitude de 14°C à la température de fusion, évaluée à 1550°C pour une valeur théorique de 1538°C.

Un oxyde, l'alumine Al_2O_3 , a ensuite permis de valider la méthode de la pyrorélectométrie sur un autre type de matériaux entre 2000 et 2100°C avec une incertitude de 20°C.

Finalement, des mesures de très hautes températures par pyrorélectométrie ont été effectuées sur un matériau dont les propriétés radiatives ne sont pas connues. Il s'agit de l'acier 18MND5, utilisé pour les générateurs de vapeur des réacteurs nucléaires à eau pressurisé français, qui s'est avéré être un matériau très spéculaire. La température a pu être évaluée par pyrorélectométrie autour de 1400°C avec une incertitude de l'ordre de 50°C, soit 3% environ de la température, en raison de la spécularité de la surface métallique liquide.

Pour finir, des voies d'améliorations des mesures par pyrorélectométrie sont proposées afin de fiabiliser et faciliter les mesures des très hautes températures par pyrorélectométrie sur des surfaces liquides, spéculaires ou non. Ces propositions concernent principalement la tête optique afin d'offrir davantage de possibilités pour faciliter le réglage et permettre de régler plus finement la tête optique, élément indispensable pour effectuer des mesures sur des surfaces spéculaires liquides. Des améliorations dans les réglages de manière générale sont aussi proposées afin de les optimiser, dans le même but de permettre des mesures sur tous types de matériaux, spéculaires ou diffusants et solides ou liquides. Enfin, une ouverture est suggérée pour utiliser les signaux en réflectivités du pyrorélectomètre et effectuer des mesures de propriétés thermophysiques par la méthode de l'interférométrie.

Conclusion générale

Dans le cadre des études d'accidents graves de réacteurs nucléaires, la connaissance des propriétés thermophysiques des matériaux à très hautes températures – jusqu'à 2500°C – reste un enjeu majeur pour la compréhension et la modélisation des principaux phénomènes mis en jeu. Une méthode de mesure généralement utilisée pour évaluer les températures de surface est la pyrométrie optique. Un prérequis à ces mesures est d'avoir accès à l'émissivité du matériau, grandeur thermophysique généralement méconnue et fortement variable car dépendant de plusieurs paramètres.

L'objectif principal de cette thèse a été de développer une instrumentation originale – la pyrорélectométrie – afin de réaliser des mesures fiables des très hautes températures [1500 ; 2500°C] sur des matériaux liquides avec une précision visée de l'ordre de quelques dizaines de degrés. La difficulté de ces mesures est liée à la complexité de connaître précisément l'émissivité du matériau considéré, qui dépend de nombreux paramètres.

La pyrорélectométrie a été retenue comme la technique pour s'affranchir de la méconnaissance de l'émissivité au travers de la mesure des réflectivités spectrales à deux longueurs d'ondes.

L'importance de l'environnement externe au matériau considéré a été mise en évidence dans ces travaux de thèse. La luminance spectrale mesurée par un pyromètre optique ou le pyrорélectomètre ne dépend en effet pas uniquement du rayonnement de la surface à caractériser mais aussi du rayonnement des surfaces environnantes pouvant se réfléchir sur l'échantillon. Ces réflexions parasites peuvent en effet avoir un impact significatif sur l'émissivité apparente. Ceci est un élément essentiel pour la détermination de l'émissivité apparente d'une cavité utilisée entre autre lors de l'étalonnage des dispositifs métrologiques. Les réflexions parasites permettent de considérer une émissivité de cavité très proche de l'unité, à condition que l'intégralité de la cavité soit à une température homogène. Si la cavité est hétérogène en température, alors l'émissivité apparente pourra en être fortement affectée.

L'évaluation analytique des incertitudes a d'ailleurs montré que l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage est le terme prépondérant en pyrорélectométrie dans le cas d'un matériau présentant une faible réflectivité. Dans le cas de réflectivité plus élevée, l'incertitude prépondérante en pyrорélectométrie est liée aux signaux de réflectivités.

Les propriétés radiatives jouent un rôle prépondérant sur l'évaluation avec précision de la température en pyrорélectométrie. Un étalonnage optimisé a permis de réduire son impact sur le budget d'incertitude. En effet, un étalonnage effectué sur trois points fixes de température (cellules à points fixes eutectiques) ayant chacun une incertitude de 1K conduit à des incertitudes plus faibles qu'un étalonnage effectué sur treize points (corps noir dont la température est mesurée par un pyromètre) dont chacun présente une incertitude supérieure à 5K. L'incertitude totale déterminée en pyrорélectométrie est dans tous les cas de réflectivités systématiquement inférieure à celle déterminée en pyrométrie bichromatique.

L'évaluation analytique des incertitudes permet de déterminer la précision à laquelle les mesures de températures par pyrорélectométrie sont réalisées. Les gradients thermiques présents à l'échelle de l'échantillon ont été modélisés pour quantifier une incertitude supplémentaire sur la température à considérer lors des mesures de propriétés thermophysiques. Un modèle semi-analytique OD a permis d'effectuer une étude de sensibilité sur les différents paramètres physiques et géométriques. A nouveau les propriétés radiatives du matériau considéré se sont avérées prépondérantes dans la définition de la thermique du système. L'émissivité a en effet été identifiée comme le paramètre prépondérant sur la thermique du système modélisé, au vu de sa méconnaissance pour les différents matériaux envisagés, et sa dépendance à de nombreux paramètres, tels que la rugosité, la température et la longueur d'onde. L'émissivité a un impact à la fois sur la température d'équilibre ainsi que sur le

temps d'équilibre thermique. Le modèle numérique 2D axisymétrique développé sous Comsol permet de déterminer la température dans l'ensemble du système modélisé. La comparaison avec le modèle 0D montre un bon accord entre les deux modèles justifiant ainsi l'utilisation de ce modèle pour une évaluation rapide de la température et de l'influence de paramètres sur la thermique. La géométrie modélisée est ensuite modifiée pour correspondre au mieux à la configuration expérimentale. L'ajout d'un support présent expérimentalement contribue à augmenter significativement les gradients thermiques au sein du système modélisé. La modélisation thermique 2D des configurations expérimentales permet donc d'identifier les éventuels gradients de température expérimentaux pouvant être utilisés pour mieux définir la température à considérer dans le cadre de mesures de propriétés thermophysiques dépendants de la température.

Les mesures de très hautes températures ont été réalisées sur l'installation VITI de la plateforme accident grave PLINIUS. Ces mesures effectuées par pyroréfectométrie sur des matériaux liquides nécessitent une méthodologie expérimentale rigoureuse pour obtenir des mesures fiables. La faisabilité de ces mesures a nécessité une optimisation et un réglage très fin de la tête optique du pyroréfectomètre. Son optimisation a consisté à obtenir une tête optique robuste et réglable le plus facilement possible. Son réglage a permis de disposer d'un spot de visée de l'ordre de 2mm, donnant la possibilité d'effectuer des mesures sur des zones de petites tailles. Le pyroréfectomètre a été tout d'abord utilisé pour déterminer la température d'un cylindre de tungstène, matériau sur lequel la méthode de la pyroréfectométrie a déjà été validée, avec deux objectifs : valider la mise en place du pyroréfectomètre au sein de l'installation VITI et effectuer l'intercomparaison avec le modèle Comsol 2D. Les températures à l'équilibre déterminées par la pyroréfectométrie ont été comparées avec celles calculées par le modèle Comsol 2D dans sa configuration avec un support. Les températures déterminées avec le modèle sont en très bon accord avec celles déterminées expérimentalement compte tenu des incertitudes évaluées analytiquement. Les mesures effectuées par pyroréfectométrie sur les échantillons de tungstène permettent de valider le modèle Comsol 2D.

Pour la première fois, la pyroréfectométrie a été appliquée pour des mesures sur des matériaux à l'état liquide, métalliques ou oxydes, et ont permis de produire des résultats originaux, pour des matériaux présentant une diversité de propriétés radiatives et recouvrant une large gamme de température. Des mélanges eutectiques présentant une température eutectique connue ont permis de valider la méthode pyroréfectométrique sur des surfaces liquides jusqu'à 2500°C avec une incertitude de l'ordre de 1%. Les mesures pyroréfectométriques réalisées sur du fer liquide ont été obtenues avec succès jusqu'à 1730°C avec une incertitude de 14°C à la température de fusion évaluée à 1550°C pour une valeur théorique de 1538°C. Pour l'alumine, la méthode de mesure par pyroréfectométrie a été validée entre 2000 et 2100°C avec une incertitude de l'ordre de 1%. Les mesures réalisées sur l'acier 18MND5, composant les générateurs de vapeur des réacteurs à eau pressurisé français, a été validée à 1400°C avec une incertitude de 50°C, soit 3%, en raison d'une forte variation des réflectivités probablement liée à la nature spéculaire de la surface.

En guise d'ouverture, des perspectives sont proposées pour développer les mesures par pyroréfectométrie : d'une part en améliorant la tête optique, élément essentiel à la mesure par pyroréfectométrie, et d'autre part en optimisant les réglages dans le but de permettre les mesures sur différents types de matériaux, qu'ils soient spéculaires ou diffusants, solides ou liquides. Une voie prometteuse pour la suite de cette thèse est de développer un couplage entre la mesure de température par pyroréfectométrie et la mesure de propriétés thermophysiques (masse volumique, tension de surface, viscosité) par une méthode d'inspection laser, appelée d'interférométrie laser. Cette méthode permettrait de disposer d'un outil pour mesurer simultanément des propriétés thermophysiques, sans contact avec le matériau, et la température réelle du matériau avec une très bonne précision sur la température. Cette méthode serait appliquée à des liquides, métalliques ou oxydes, à très hautes températures [1500 ; 2500°C].

Bibliographie

- [1] C. Journeau, V. Bouyer, F. Charollais, N. Chikhi, J. Delacroix, A. Denoix, H. Laffolley, C. Mattassoglio, D. Molina, P. Piluso, P. Sauvecane, S. Thilliez, B. Turquais et C. Suteau, «Upgrading the PLINIUS platform toward smarter prototypic-corium experimental R&D,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 386, p. 111511, 2022.
- [2] IAEA et OECD/NEA, «The International Nuclear and Radiological Event Scale (INES) 2008 edition».
- [3] N. Chikhi, J. Delacroix, P. Fouquart et B. Turquais, «Measurement of corium surface tension using the maximum bubble pressure,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 379, p. 111266, 2021.
- [4] J. Delacroix, C. Journeau, N. Chikhi, P. Fouquart et D. Zhan, «Measurements of in-vessel and ex-vessel liquid corium surface tension and density in the VITI-MBP test bench within ALISA Euro-Chinese project,» *Mechanical Engineering Journal*, vol. 7, pp. 19-611, 2020.
- [5] N. Chikhi, P. Fouquart, J. Delacroix et P. Piluso, «Measurement of Type 304L Stainless Steel and 16MND5 Ferritic Steel Density and Surface Tension: Possible Impact for Stratified Molten Pool,» *Nuclear Technology*, vol. 205, pp. 200-212, 2019.
- [6] J. Delacroix, P. Piluso, N. Chikhi, O. Asserin, D. Borel, A. Brosse et S. Cadiou, «Measurements of Liquid AISI 304L Steel Density and Surface Tension, and Influence of Surface-Active Elements at High Temperatures,» *Steel Research International*, p. 2100624, 2022.
- [7] A. Pivano, P. Piluso, N. Chikhi, J. Delacroix, P. Fouquart et R. L. Tellier, «Experiments on interactions of molten steel with suboxidized corium crust for in-vessel melt retention,» *Nuclear Engineering and Design*, vol. 355, p. 110271, 2019.
- [8] S. Thilliez, «Etude des mécanismes couplés d'interaction et de changement de phases en milieu oxydant de métaux et d'oxydes nucléaires en conditions d'accidents graves à très haute température ($T > 2500\text{K}$),» 2022.
- [9] H. Laffolley, «Synthèse de microparticules de silicates riches en césium par interaction de combustible en fusion avec du béton : simulation expérimentale de phénomènes présents lors de l'accident de Fukushima Daiichi,» 2023.
- [10] C. Journeau et C. Parga, «Development of metal-carbon eutectic cells for application as high temperature reference points in nuclear reactor severe accident tests: Results on the Fe-C, Co-C, Ti-C and Ru-C alloys melting/freezing transformation temperature under electromagnetic induction heating,» *High Temperatures-High Pressures*, vol. 41, pp. 423-448, 01 2012.
- [11] M. Peybernes, L. Saas, R. Le Tellier et C. Dang, «Thermalhydraulics DNS of a thin metallic layer for the evaluation of nuclear reactor severe accident mitigation strategy,» 2019.
- [12] C. I. des Poids et Mesures 78th meeting, «Echelle internationale de température de 1990 (EIT-90),» 1990.
- [13] R. Gilblas, «Mesure de champs de températures vraies par thermoréfectométrie proche infrarouge, thèse,» 2012.
- [14] S. Bose, «Plancks Gesetz und Lichtquantenhypothese,» *Zeitschrift für Physik*, vol. 26, pp. 178-181, 1924.
- [15] F. Incropera et D. DeWitt, *Fundamentals of heat and mass transfer*, seventh edition, I. John Wiley & Sons, Éd., 2011.
- [16] M. Vollmer et K. P. Möllmann, *Infrared Thermal Imaging: Fundamentals, Research and Applications*, 2nd éd., Wiley-VCH, 2018.
- [17] BIPM, «Vocabulaire international de métrologie - Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM),» *JCGM*, vol. 200, 2012.
- [18] M. Planck et M. Masius, *The theory of heat radiation*, 1914.
- [19] F. Sakuma et S. Hattori, «Establishing a practical temperature standard by using a narrow-band radiation thermometer with a silicon detector,» *Temperature: Its Measurement and Control in Science and Industry*, vol. 5, pp. 421-427, 1982.
- [20] A. D. W. Todd, K. Anhalt, P. Bloembergen, B. B. Khlevnoy, D. H. Lowe, G. Machin, M. Sadli, N. Sasajima et P. Saunders, «On the uncertainties in the realization of the kelvin based on thermodynamic temperatures of high-temperature fixed-point cells,» vol. 58, p. 035007, 2021.

- [21] D. Lowe, «A pyrometer for calibration traceable to a future thermodynamic temperature scale,» *Measurement Science and Technology*, vol. 24, p. 015901, 2013.
- [22] P. Saunders, «Propagation of uncertainty for non-linear calibration equations with an application in radiation thermometry,» *Metrologia*, vol. 40, p. 93, 2003.
- [23] J. L. King, H. Jo, R. Tirawat, K. Blomstrand et K. Sridharan, «Effects of Surface Roughness, Oxidation, and Temperature on the Emissivity of Reactor Pressure Vessel Alloys,» *Nuclear technology*, vol. 200, pp. 1-14, 2017.
- [24] J. Manara, M. Arduini et L. Hanssen, «Integrating sphere reflectance and transmittance intercomparison measurements for evaluating the accuracies of the achieved results,» *High Temperatures-High Pressures*, vol. 38, pp. 259-276, 2009.
- [25] D. Hernandez, J. L. Sans, A. Netchaieff et P. Ridoux, «Experimental validation of a pyroreflectometric method to determine the true temperature on opaque surface without hampering reflections,» *Measurement*, vol. 42, pp. 836-843, 2009.
- [26] J. Gardner et T. Jones, «Multi-wavelength radiation pyrometry where reflectance is measured to estimate emissivity,» *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, vol. 13, pp. 306-310, 1980.
- [27] P. Ferdinand, «Thermomètres à fibre optique sans contact : pyromètres,» *Techniques de l'ingénieur*, 10 septembre 2003.
- [28] J. C. Krapez, «Measurements without contact in heat transfer: multiwavelength radiation thermometry. Principle, implementation and pitfalls,» chez *METT17 Advanced autumn School on Thermal Measurements and Inverse*, October 2019.
- [29] S. Atallah, «A relationship between emissivity and thermal conductivity of metals,» *British Journal of Applied Physics*, vol. 17, pp. 573-574, 1966.
- [30] I. P. Zhuk et N. I. Stetyukevich, «Relationship between emissivity of metals and their thermophysical properties,» *Journal of engineering physics*, vol. 61, pp. 1283-1284, 1991.
- [31] P. Herve et A. Sadou, «Determination of the complex index of refractory metals at high temperatures: Application to the determination of thermo-optical properties,» *Infrared Physics & Technology*, vol. 51, pp. 249-255, 2008.
- [32] M. Sadli, O. Pehlivan, F. Bourson, A. Diril et K. Ozcan, «Collaboration Between UME and LNE-INM on Co-C Eutectic Fixed-Point Construction and Characterization,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 30, pp. 36-46, 2009.
- [33] 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. Gavrillov, 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 et Z. Yuan, «Thermodynamic temperature assignment to the point of inflection of the melting curve of high-temperature fixed points,» *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 374, p. 20150044, 2016.
- [34] M. Sadli, F. Bourson, A. Diril, C. Journeau, D. Lowe et C. Parga, «Construction and in-situ characterisation of high-temperature fixed point cells devoted to industrial applications,» *EPJ Web of Conferences*, vol. 77, p. 00018, 2014.
- [35] C. Parga, «Very High Temperature Measurements: Applications to Nuclear Reactor Safety Tests, thèse,» 2013.
- [36] C. de Izarra et J. M. Gitton, «Calibration and temperature profile of a tungsten filament lamp,» *European Journal of Physics*, vol. 31, p. 933, 2010.
- [37] Y. S. Touloukian, Thermophysical Properties of Matter. Vol 7. Thermal Radiative Properties Metallic Elements and Alloys, 1972.
- [38] S. Briaudeau, F. Bourson, O. Kozlova, M. Sadli et A. Razet, «The synthetic double wavelength technique: a simple robust method for thermodynamic temperature determination,» vol. 57, p. 025014, 2020.
- [39] K. F. Palmer et D. Williams, «Optical properties of water in the near infrared,» *Journal of Optical Society of America*, vol. 64, pp. 1107-1110, 1974.
- [40] E. Delchambre, D. Hernandez, M. H. Aumeunier, T. Loarer et E. Gauthier, «Performance of pyroreflectometry in a reflective environment,» *Physica Scripta*, vol. 2011, p. 014078, 2011.

- [41] E. Delchambre, M. H. Aumeunier, T. Loarer, D. Hernández, Y. Corre, E. Gauthier et M. Joanny, «Performance of the Pyroreflectometry in Magnetic Fusion Devices for Plasma Wall Interaction monitoring,» chez *11th International Conference on Quantitative InfraRed Thermography*, 2012.
- [42] A. Araújo, «Multi-spectral pyrometry: a review,» vol. 28, p. 082002, 2017.
- [43] D. Hernandez, «Pyroréflexométrie bicolore,» *Techniques de l'ingénieur : Mesure de température : généralités, échelles de température et étalonnage*, 2012.
- [44] D. Manara, M. Sheindlin, W. Heinz et C. Ronchi, «New techniques for high-temperature melting measurements in volatile refractory materials via laser surface heating,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, p. 113901, 2008.
- [45] D. Manara, L. Soldi, S. Mastromarino, K. Boboridis, D. Robba, L. Vlahovic et R. Konings, «Laser-heating and Radiance Spectrometry for the Study of Nuclear Materials in Conditions Simulating a Nuclear Power Plant Accident,» *JoVE*, p. e54807, 2017.
- [46] D. Potamias, I. Alxneit et A. Wokaun, «Double modulation pyrometry: A radiometric method to measure surface temperatures of directly irradiated samples,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 88, p. 095112, 2017.
- [47] L. Robin, A. Delmas et T. Lanternier, «Surface temperature measurement of semitransparent ceramics at high temperature. Comparison between pyrometry at the Christiansen frequency and infrared thermography,» *QIRT Journal*, vol. 4/2, pp. 165-186, 2007.
- [48] S. Foll, A. Delmas et F. André, «Identification of radiative properties for heterogeneous materials at high temperature,» *International Journal of Thermal Sciences*, vol. 120, pp. 314-320, 2017.
- [49] B. Rousseau, J. F. Brun, D. D. S. Meneses et P. Echegut, «Temperature Measurement: Christiansen Wavelength and Blackbody Reference,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 26, pp. 1277-1286, 2005.
- [50] F. Girard, M. Battuello et M. Florio, «Multiwavelength Thermometry at High Temperature: Why It is Advantageous to Work in the Ultraviolet,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 35, pp. 1401-1413, 2014.
- [51] S. Sandell, E. Chávez-Ángel, A. El Sachat, J. He, C. M. Sotomayor Torres et J. Maire, «Thermoreflectance techniques and Raman thermometry for thermal property characterization of nanostructures,» *Journal of Applied Physics*, vol. 128, p. 131101, 2020.
- [52] D. S. Moore et S. D. McGrane, «Raman temperature measurement,» *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 500, p. 192011, 2014.
- [53] A. Ewinger, G. Rinke, A. Urban et G. Kerschbaum, «In situ measurement of the temperature of water in microchannels using laser Raman spectroscopy,» *Chemical Engineering Journal*, vol. 223, pp. 129-134, 2013.
- [54] D. Hernandez, G. Olalde, A. Beck et E. Milcent, «Bicolor pyroreflectometer using an optical fiber probe,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, pp. 5548-5551, 1995.
- [55] D. Hernandez et E. Milcent, «pyro-réflexomètre bicolore à fibres optiques pour mesure "in situ",» *Journal de Physique III EDP Sciences*, vol. 5, pp. 999-1011, 1995.
- [56] D. Hernandez, A. Netchaieff et A. Stein, «True temperature measurement on metallic surfaces using a two-color pyroreflectometer method,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 80, p. 094903, 2009.
- [57] D. Hernandez, J. M. Badie, F. Escourbiac et R. Reichle, «Development of two-colour pyroreflectometry technique for temperature monitoring of tungsten plasma facing components,» *Fusion Engineering and Design*, vol. 83, pp. 672-679, 2008.
- [58] P. Beckmann et A. Spizzichino, *The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces*, Oxford: Pergamon, 1963.
- [59] D. Hernandez, «A concept to determine the true temperature of opaque materials using a tricolor pyroreflectometer,» *Review of Scientific Instruments*, vol. 76, p. 024904, 2005.
- [60] BIPM, «Evaluation des données de mesure - Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure,» *JCGM*, vol. 100, 2008.
- [61] B. Turquais, «Metrology at very high temperature (1300-2500°C) in pyroreflectometry for nuclear applications (in French),» chez *Congress of SFT*, 2021.
- [62] P. Saunders et D. White, «Interpolation errors for radiation thermometry,» *Metrologia*, vol. 41, pp. 41-46, 2003.

- [63] L. N. Latyev, V. Y. Chekhovskoi et E. N. Shestakov, «Tungsten as a standard material for monochromatic emissivity,» *High Temperatures - High Pressures*, vol. 4, pp. 679-686, 1972.
- [64] J. Delacroix, P. Piluso, N. Chikhi et P. Fouquart, «Induction heating of cylindrical loads of arbitrary skin-depth by “current-sheet” inductors,» *Electrical Engineering*, vol. 100, pp. 811-822, 2018.
- [65] D. Delage et R. Ernst, «Modélisation électrique d'un système de fusion par induction en creuset froid destiné à l'élaboration de matériaux de haute pureté,» *Revue générale d'électricité*, vol. 4, pp. 266-272, 1983.
- [66] T. Hoshino, K. Mito, A. Nagashima et M. Miyata, «Determination of the thermal conductivity of argon and nitrogen over a wide temperature range through data evaluation and shock-tube experiments,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 7, pp. 647-662, 1986.
- [67] M. N. Macrossan et C. R. Lilley, «Viscosity of argon at temperatures >2000 K from measured shock thickness,» *Physics of Fluids*, vol. 15, pp. 3452-3457, 2003.
- [68] R. A. Dawe et E. B. Smith, «Viscosity of Argon at High Temperatures,» *Science*, vol. 163, pp. 675-676, 1969.
- [69] L. Sun et J. E. S. Venart, «Thermal Conductivity, Thermal Diffusivity, and Heat Capacity of Gaseous Argon and Nitrogen,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 26, pp. 325-372, 2005.
- [70] C. Popiel, J. Wojtkowiak et K. Bober, «Laminar free convective heat transfer from isothermal vertical slender cylinder,» *Experimental Thermal and Fluid Science*, vol. 32, pp. 607-613, 11 2007.
- [71] T. A. Jankowski, N. H. Pawley, L. M. Gonzales, C. A. Ross et J. D. Journey, «Approximate analytical solution for induction heating of solid cylinders,» *Applied Mathematical Modelling*, vol. 40, pp. 2770-2782, 2016.
- [72] P. D. Desai, T. K. Chu, H. M. James et C. Y. Ho, «Electrical Resistivity of Selected Elements,» *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, vol. 13, pp. 1069-1096, 1984.
- [73] G. K. White et M. L. Minges, «Thermophysical properties of some key solids: An update,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 18, pp. 1269-1327, 1997.
- [74] P. Toliás, «Analytical expressions for thermophysical properties of solid and liquid tungsten relevant for fusion applications,» *Nuclear Materials and Energy*, vol. 13, pp. 42-57, 2017.
- [75] L. Dejaeghere, T. Pierre, M. Carin, P. Le Masson et M. Courtois, «Design and development of an induction furnace to characterize molten metals at high temperatures,» *High Temperatures - High Pressures*, vol. 47, pp. 23-49, 2018.
- [76] R. E. Taylor et H. Groot, «Thermophysical properties of POCO graphite AFOSR-TR-78-1375,» 1978.
- [77] I. Korobeinikov, N. Chikhi, P. Fouquart, B. Turquais, J. Delacroix, S. Seetharaman et O. Volkova, «Surface Tension and Density of Cr-Mn-Ni Steels with TRIP Effect,» *steel research international*, vol. 92, 2020.
- [78] 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*, vol. 6, 2006.
- [79] J. Habainy, S. Iyengar, K. B. Surreddi, Y. Lee et Y. Dai, «Formation of oxide layers on tungsten at low oxygen partial pressures,» *Journal of Nuclear Materials*, vol. 506, pp. 26-34, 2018.
- [80] T. Bgasheva, T. Falyakhov, S. Petukhov, M. Sheindlin, A. Vasin et P. Vervikishko, «Laser-pulse melting of calcium oxide and some peculiarities of its high-temperature behavior,» *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 104, pp. 3461-3477, 2021.
- [81] V. Petrov, «Thermoradiation characteristics of refractory oxides upon heating by concentrated laser radiation,» *High Temperature*, vol. 54, pp. 186-196, 03 2016.
- [82] CRC handbook of chemistry and physics, 88th edition, CRC Press, 2007.
- [83] H. Kobatake, H. Khosroabadi et H. Fukuyama, «Normal Spectral Emissivity Measurement of Liquid Iron and Nickel Using Electromagnetic Levitation in Direct Current Magnetic Field,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 43, pp. 2466-2472, 2012.
- [84] J. Fukushima, Y. Hayashi et H. Takizawa, «Structure and magnetic properties of FeAl₂O₄ synthesized by microwave magnetic field irradiation,» *Journal of Asian Ceramic Societies*, vol. 1, pp. 41-45, 2013.
- [85] P.-F. Paradis, T. Ishikawa, Y. Saita et S. Yoda, «Non-Contact Thermophysical Property Measurements of Liquid and Undercooled Alumina,» *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 43, pp. 1496-, 2004.

- [86] V. Sarou-Kanian, J. C. Rifflet et F. Millot, «IR Radiative Properties of Solid and Liquid Alumina: Effects of Temperature and Gaseous Environment,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 26, pp. 1263-1275, 2005.
- [87] «International Union of Pure and Applied Chemistry: “Report of Task Force on Secondary Temperature Standards”,» *Revue internationale des hautes températures et des réfractaires.*, vol. 7, 1970.
- [88] C. Picard et L. Davoust, «Dilational rheology of an air-water interface functionalized by biomolecules: the role of surface diffusion,» *Rheologica Acta*, vol. 45, pp. 497-504, 2006.
- [89] C. Picard et L. Davoust, «Resonance Frequencies of Meniscus Waves as a Physical Mechanism for a DNA Biosensor,» *Langmuir*, vol. 23, pp. 1394-1402, 2007.
- [90] J. Theisen et L. Davoust, «Dual-Frequency Electrowetting: Application to Drop Evaporation Gauging within a Digital Microsystem,» *Langmuir*, vol. 28, pp. 1041-1048, 2012.
- [91] D. Knight, «An introduction to the art of solenoid inductance calculation with emphasis on radio-frequency applications. [Online] Available: <http://www.g3ynh.info/zdocs/magnetics/Solenoids.pdf>, version 0.20),» 2016.
- [92] Y. Kozlovskii et S. Stankus, «The linear thermal expansion coefficient of iron in the temperature range of 130–1180 K,» *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1382, p. 012181, 2019.
- [93] M. Assael, K. Kakosimos, R. Banish, J. Brillo, I. Egry, R. Brooks, P. Quested, K. C. Mills, A. Nagashima, Y. Sato et W. Wakeham, «Reference Data for the Density and Viscosity of Liquid Aluminum and Liquid Iron,» *Journal Physical Chemical Reference Data*, vol. 35, pp. 285-300, 2006.
- [94] P. D. Desai, «Thermodynamic Properties of Iron and Silicon,» *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, vol. 15, pp. 967-983, 1986.
- [95] M. W. Chase, «NIST-JANAF Thermochemical tables,» *Journal of physical and chemical reference data monograph*, vol. 9, pp. 1219-1251, 1998.
- [96] M. Beutl, G. Pottlacher et H. Jäger, «Thermophysical properties of liquid iron,» *International Journal of Thermophysics*, vol. 15, pp. 1323-1331, 1994.

Annexe A : Lois du rayonnement

A.1 Loi du déplacement de Wien

La luminance spectrale d'une surface est une fonction positive de la longueur d'onde avec un maximum. L'objectif est de déterminer la corrélation entre la température et la longueur d'onde au maximum de luminance. Pour cela il suffit donc d'annuler la dérivée de la luminance par rapport à la longueur d'onde.

Pour simplifier les calculs, on pose : $y = \frac{C_2}{\lambda T}$.

$\frac{\partial L_{\lambda,T}^0}{\partial y} = 0$ correspond donc au maximum de luminance.

La suite du calcul donne :

$$L^0(y) = \left(\frac{yT}{C_2}\right)^5 C_1 \cdot \frac{1}{\exp(y) - 1}$$

$$\frac{\partial L^0(y)}{\partial y} = 5y^4 C_1 \left(\frac{T}{C_2}\right)^5 \cdot \frac{1}{\exp(y) - 1} - y^5 \left(\frac{T}{C_2}\right)^5 C_1 \cdot \frac{\exp(y)}{(\exp(y) - 1)^2}$$

$$\frac{\partial L^0(y)}{\partial y} = 0 \Leftrightarrow 5y^4 \cdot \frac{1}{\exp(y) - 1} = y^5 \cdot \frac{\exp(y)}{(\exp(y) - 1)^2}$$

$$\frac{\partial L^0(y)}{\partial y} = 0 \Leftrightarrow 5(\exp(y) - 1) = y \exp(y)$$

La solution non nulle de cette équation est telle que $y_m \simeq 4,965$ où y_m est la position du maximum de luminance. La température T de la surface au maximum de luminance a donc lieu pour la longueur d'onde λ_m telle que :

$$\lambda_m T = \frac{C_2}{y_m} = 2898 \mu m \cdot K. \quad (A.1)$$

A.2 Loi du maximum de Wien

Le maximum de luminance spectrale peut être aisément calculé à partir de la loi de Planck et de la notation $y = \frac{C_2}{\lambda T}$ utilisé dans l'annexe A.1.

$$L^0(T, \lambda_m) = \frac{C_1}{\lambda_m^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_m T}\right) - 1} = \frac{C_1}{(\lambda_m T)^5} T^5 \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_m T}\right) - 1}$$

On obtient donc :

$$L^0(T, \lambda_m) = B_m T^5, \quad (A.2)$$

$$\text{avec } B_m = \frac{C_1}{(2898 \cdot 10^{-6})^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{2898 \cdot 10^{-6}}\right) - 1} = 4,1 \cdot 10^{-6} W \cdot m^{-3} sr^{-1} K^{-5}$$

A.3 Loi de Stefan-Boltzmann

La loi de Stefan-Boltzmann s'obtient par intégration de la loi de Planck sur tout le spectre de longueur d'onde.

L'exitance totale M^0 s'exprime en fonction de la luminance spectrale L_λ^0 à partir de l'équation suivante où π correspond à l'intégration sur les coordonnées spatiales :

$$M^0 = \pi \int_0^\infty L_\lambda^0 d\lambda = \pi \int_0^\infty \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} d\lambda. \quad (\text{A.3})$$

On pose : $y = \frac{C_2}{\lambda T}$

D'où :

$$M^0 = \pi \int_0^\infty \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \frac{C_2}{T y^2} \cdot \frac{1}{\exp(y) - 1} dy$$

$$M^0 = \pi \int_0^\infty C_1 \cdot \left(\frac{y T}{C_2}\right)^5 \cdot \frac{C_2}{T y^2} \cdot \frac{1}{\exp(y) - 1} dy$$

$$M^0 = \frac{\pi C_1 T^4}{C_2^4} \int_0^\infty \frac{y^3 dy}{\exp(y) - 1}$$

$$I = \int_0^\infty \frac{y^3 dy}{\exp(y) - 1} = \int_0^\infty y^3 \frac{\exp(-y)}{1 - \exp(-y)} dy$$

La série mathématique de $\frac{1}{1-f(y)}$, avec $f(y) = \exp(-y)$ est :

$$I = \sum_{n=0}^{+\infty} \int_0^\infty y^3 \exp(-y) \exp(-ny) dy = \sum_{n=0}^{+\infty} \int_0^\infty y^3 \exp(-(n+1)y) dy$$

Trois intégrations par parties successives sont réalisées, où le terme constant est nul pour chaque intégration en 0 et $+\infty$.

$$I = \sum_{n=0}^{+\infty} \int_0^\infty 3y^2 \cdot \frac{1}{n+1} \cdot \exp(-(n+1)y) dy = \sum_{n=0}^{+\infty} \int_0^\infty 6y \cdot \frac{1}{(n+1)^2} \cdot \exp(-(n+1)y) dy$$

$$I = \sum_{n=0}^{+\infty} \int_0^\infty \frac{6}{(n+1)^3} \cdot \exp(-(n+1)y) dy = \sum_{n=0}^{+\infty} \frac{6}{(n+1)^4} = \sum_{n=1}^{+\infty} \frac{6}{n^4} = 6 \frac{\pi^4}{90} = \frac{\pi^4}{15}$$

On obtient :

$$M^0 = \frac{\pi C_1 T^4}{C_2^4} \cdot \frac{\pi^4}{15} = \frac{\pi^5 C_1}{15 C_2^4} T^4 = \sigma_s T^4, \quad (\text{A.4})$$

avec $\sigma_B = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-4} \text{ sr}^{-1}$

Annexe B : Mesure de température par pyrométrie

B.1 Température de luminance

La détermination de la température vraie en fonction de la température de luminance se fait à partir de l'équation (1.33) et de la loi de Planck.

$$L(T, \lambda) = \epsilon(T, \lambda)L^0(T, \lambda) = L^0(T_\lambda, \lambda) \cdot \quad (\text{B.1})$$

La loi de Planck est appliquée à l'équation précédente et permet d'écrire l'équation suivante :

$$\epsilon(T, \lambda) \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} = \frac{C_1}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_{R\lambda}}\right) - 1}$$

L'approximation de Wien est appliquée à cette équation pour simplifier le calcul et le logarithme népérien est appliqué aux deux membres de l'équation :

$$\ln(\epsilon(T, \lambda)) - \frac{C_2}{\lambda T} = -\frac{C_2}{\lambda T_{R\lambda}}$$

L'équation (1.34) est donc retrouvée où la température vraie T est exprimée en fonction de la température de luminance T_λ :

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{T_{R\lambda}} + \frac{\lambda}{C_2} \ln(\epsilon(T, \lambda)) \cdot \quad (\text{B.2})$$

B.2 Température bichromatique

La détermination de la température vraie en fonction de la température de luminance se fait à partir des équations (1.33), (1.36) et de la loi de Planck.

$$\frac{L(T, \lambda_2)}{L(T, \lambda_1)} = \frac{\epsilon(T, \lambda_2)L^0(T, \lambda_2)}{\epsilon(T, \lambda_1)L^0(T, \lambda_1)} = \frac{L^0(T_c, \lambda_2)}{L^0(T_c, \lambda_1)} \cdot \quad (\text{B.3})$$

$$\frac{\epsilon(T, \lambda_2)C_1\lambda_1^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T}\right) - 1\right)}{\epsilon(T, \lambda_1)C_1\lambda_2^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T}\right) - 1\right)} = \frac{C_1\lambda_1^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T_c}\right) - 1\right)}{C_1\lambda_2^5 \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T_c}\right) - 1\right)}$$

$$\frac{\epsilon(T, \lambda_2) \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T}\right) - 1\right)}{\epsilon(T, \lambda_1) \left(\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T}\right) - 1\right)} = \frac{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T_c}\right) - 1}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T_c}\right) - 1}$$

L'approximation de Wien est appliquée à cette équation pour simplifier le calcul et le logarithme népérien est appliqué aux deux membres de l'équation :

$$\ln\left(\frac{\epsilon(T, \lambda_2)}{\epsilon(T, \lambda_1)}\right) + \frac{C_2}{\lambda_1 T} - \frac{C_2}{\lambda_2 T} = \frac{C_2}{\lambda_1 T_c} - \frac{C_2}{\lambda_2 T_c}$$

L'équation (1.37) est donc retrouvée où la température vraie T est exprimée en fonction de la température bichromatique T_c :

$$\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_c}\right) \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right) = \frac{1}{C_2} \ln \left(\frac{\epsilon(T, \lambda_1)}{\epsilon(T, \lambda_2)} \right). \quad (\text{B.4})$$

B.3 Relation entre la température bichromatique et les températures de luminance

La température bichromatique T_c et les températures de luminance T_{λ_1} et T_{λ_2} peuvent être reliées à partir des équations (1.35) et (1.36) :

$$\frac{L^0(T_{\lambda_2}, \lambda_2)}{L^0(T_{\lambda_1}, \lambda_1)} = \frac{L^0(T_c, \lambda_2)}{L^0(T_c, \lambda_1)}. \quad (\text{B.5})$$

L'approximation de Wien est appliquée à cette équation pour simplifier le calcul :

$$\frac{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T_{R\lambda_1}}\right)}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T_{R\lambda_2}}\right)} = \frac{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_1 T_c}\right)}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda_2 T_c}\right)}$$

En prenant le logarithme népérien et en réarrangeant les deux membres de l'équation, on obtient :

$$\frac{1}{\lambda_1 T_{R\lambda_1}} - \frac{1}{\lambda_2 T_{R\lambda_2}} = \frac{1}{T_c} \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2} \right)$$

L'équation (1.38) est donc retrouvée où la température bichromatique T_c est exprimée en fonction des deux températures de luminance T_{λ_1} et T_{λ_2} :

$$T_c = \frac{\left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1}\right)}{\frac{1}{\lambda_2 T_{R\lambda_2}} - \frac{1}{\lambda_1 T_{R\lambda_1}}}. \quad (\text{B.6})$$

Annexe C : Evaluation des incertitudes de mesures en pyrométrie

C.1 Pyrométrie monochromatique

La méthode d'évaluation des incertitudes en pyrométrie monochromatique est détaillée dans le paragraphe 3.1 du chapitre 3. L'incertitude sur la température de luminance T_λ est donnée dans l'équation (3.16). Pour déterminer cette incertitude, il est nécessaire de calculer le coefficient de sensibilité $\partial T_\lambda / \partial \tau_\lambda$ de la température de luminance en fonction de la transmission d'éventuels hublots. Son expression est définie, selon l'équation suivante :

$$\frac{\partial T_\lambda}{\partial \tau_\lambda} = - \frac{\lambda T_\lambda^2 \exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_\lambda}\right) - 1}{C_2 \tau_\lambda \exp\left(\frac{C_2}{\lambda T_\lambda}\right)}. \quad (\text{C.1})$$

En appliquant l'approximation de Wien (voir paragraphe 1.3.2 du chapitre 1), l'équation peut être simplifiée sous la forme :

$$\frac{\partial T_\lambda}{\partial \tau_\lambda} = - \frac{\lambda T_\lambda^2}{C_2 \tau_\lambda}. \quad (\text{C.2})$$

L'incertitude sur la température T , définie à partir de la température de luminance T_λ ainsi que de l'émissivité ϵ_λ , est donnée dans l'équation (3.17). Pour déterminer cette incertitude, il est nécessaire de calculer les coefficients de sensibilité $\partial T / \partial T_\lambda$ et $\partial T / \partial \epsilon_\lambda$ de la température en fonction de la température de luminance T_λ et en fonction de l'émissivité ϵ_λ . Leurs expressions sont définies, selon les équations suivantes :

$$\frac{\partial T}{\partial T_\lambda} = \frac{T^2}{T_\lambda^2}. \quad (\text{C.3})$$

$$\frac{\partial T}{\partial \epsilon_\lambda} = - \frac{\lambda T^2}{C_2 \epsilon_\lambda}. \quad (\text{C.4})$$

C.2 Pyrométrie bichromatique

La méthode d'évaluation des incertitudes en pyrométrie bichromatique est détaillée dans le paragraphe 3.2 du chapitre 3. L'incertitude sur la température bichromatique T_c est donnée dans l'équation (3.18). Pour déterminer cette incertitude, il est nécessaire de calculer le coefficient de sensibilité $\partial T_c / \partial \tau_{\lambda_{12}}$ de la température de luminance en fonction du rapport des transmissions aux deux longueurs d'ondes des éventuels hublots. Son expression est définie, selon l'équation suivante :

$$\frac{\partial T_c}{\partial \tau_{\lambda_{12}}} = - \frac{T_c^2}{C_2 \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2}\right) \tau_{\lambda_{12}}}. \quad (\text{C.5})$$

L'incertitude sur la température T , définie à partir de la température bichromatique T_c ainsi que de l'émissivité ϵ_λ , est donnée dans l'équation (3.19). Pour déterminer cette incertitude, il est nécessaire de calculer les coefficients de sensibilité $\partial T / \partial T_c$ et $\partial T / \partial \epsilon_{\lambda_{12}}$ de la température en fonction de la température bichromatique T_c et en fonction du rapport des émissivités aux deux longueurs d'ondes $\epsilon_{\lambda_{12}}$. Leurs expressions sont définies, selon les équations suivantes :

$$\frac{\partial T}{\partial T_c} = \frac{T^2}{T_c^2}. \quad (\text{C.6})$$

$$\frac{\partial T}{\partial \epsilon_{\lambda_{12}}} = -\frac{T^2}{c_2 \left(\frac{1}{\lambda_1} - \frac{1}{\lambda_2} \right) \epsilon_{\lambda_{12}}}. \quad (\text{C.7})$$

Annexe D : Evaluation des incertitudes de mesures en pyrорélectométrie

D.1 Calcul des dérivées nécessaires au calcul des coefficients de sensibilité

La méthode d'évaluation des incertitudes dues à l'étalonnage, donnée dans le paragraphe 2.2 du chapitre 3, est détaillée ici pour $y = S$, $x = T$, $y_i = S_i$, $x_i = T_i$ et $a_j = k_j$ avec $j=1,2,3$. L'équation complète d'incertitude est donnée en (3.20).

Plusieurs dérivées sont nécessaires pour déterminer les coefficients de sensibilité de l'équation (3.20). Toutes ces dérivées sont calculées à partir de l'équation de Sakuma-Hattori donnée en (2.1).

La dérivée du signal S par rapport à la température T s'écrit :

$$\frac{\partial S}{\partial T} = \frac{k_2 c_2 S^2 \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1 (k_2 T + k_3)^2}. \quad (\text{D.1})$$

La dérivée du signal S par rapport au coefficient k_1 s'écrit :

$$\frac{\partial S}{\partial k_1} = \frac{S}{k_1}. \quad (\text{D.2})$$

La dérivée du signal S par rapport au coefficient k_2 s'écrit :

$$\frac{\partial S}{\partial k_2} = \frac{T c_2 S^2 \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1 (k_2 T + k_3)^2}. \quad (\text{D.3})$$

La dérivée du signal S par rapport au coefficient k_3 s'écrit :

$$\frac{\partial S}{\partial k_3} = \frac{c_2 S^2 \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1 (k_2 T + k_3)^2}. \quad (\text{D.4})$$

Ces quatre précédentes équations peuvent être calculées à partir des températures d'étalonnages (indiqué par $T = T_i$) ou pour le point de température T considéré.

La matrice \mathbf{B} , donnée en (3.12), nécessite le calcul des dérivées secondes par rapport à la température et aux trois coefficients k_1 , k_2 et k_3 .

La dérivée du signal S par rapport à la température T et au coefficient k_1 s'écrit :

$$\frac{\partial^2 S(T)}{\partial T \partial k_1} = \frac{k_2 c_2 S^2 \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1^2 (k_2 T + k_3)^2}. \quad (\text{D.5})$$

La dérivée du signal S par rapport à la température T et au coefficient k_2 s'écrit :

$$\frac{\partial^2 S(T)}{\partial T \partial k_2} = \frac{2k_2 c_2^2 S^2 T \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1 (k_2 T + k_3)^4} \left(\frac{S \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1} + \frac{(k_2 T + k_3)^2}{2k_2 c_2 T} - \frac{k_2 T + k_3}{c_2} - \frac{1}{2} \right). \quad (D.6)$$

La dérivée du signal S par rapport à la température T et au coefficient k_3 s'écrit :

$$\frac{\partial^2 S(T)}{\partial T \partial k_3} = \frac{2k_2 c_2^2 S^2 \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1 (k_2 T + k_3)^4} \left(\frac{S \exp\left(\frac{c_2}{k_2 T + k_3}\right)}{k_1} - \frac{k_2 T + k_3}{c_2} - \frac{1}{2} \right). \quad (D.7)$$

Les trois dérivées secondes sont calculées uniquement à partir des températures d'étalonnages.

D.2 Description des coefficients de sensibilité de l'étalonnage en température

L'incertitude $u_{\text{étalonnage}}$ tracée dans la figure 3.4 correspond à l'équation suivante :

$$u_{\text{étalonnage}}^2(T) = \left[\sum_{i=1}^3 \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T_i} u_{T_i} \right)^2 + \sum_{i=1}^3 \left(\frac{\partial S(T)}{\partial S_i} u_{S_i} \right)^2 \right] \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T} \right)^{-2}. \quad (D.8)$$

Les coefficients de sensibilité $\partial S(T)/\partial T_i$ et $\partial S(T)/\partial S_i$ ont tous une dépendance similaire vis-à-vis de la température. Ils passent par un maximum (en valeur absolue) situé dans la gamme d'étalonnage [1600 ; 2750 K]. Ces coefficients sont tracés en fonction de la température dans la figure D.1.

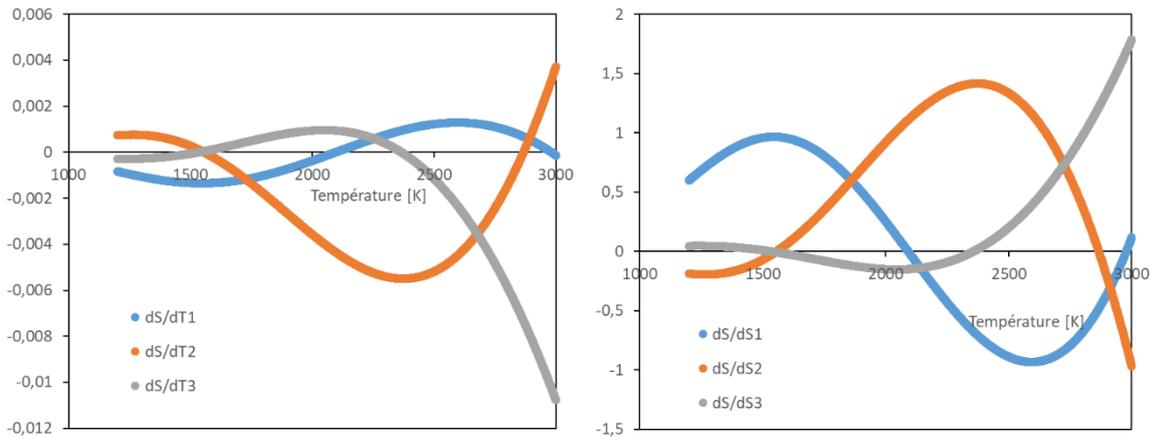


Figure D.1 : Coefficients de sensibilité sur la température (gauche) et sur le signal mesuré (droite).

Pour cet étalonnage réalisé sur trois points, l'incertitude sur la température des points de référence est $u_{T_i} = 1 \text{ K}$ et l'incertitude u_{S_i} sur la mesure du signal à l'étalonnage ainsi que la sensibilité du signal à la température $\partial S(T)/\partial T$ augmentent avec la température. Il s'agit donc de la somme quadratique des coefficients $\partial S(T)/\partial T_i$ et $\partial S(T)/\partial S_i$ qui conduit à la forme générale tracée dans la figure 3.4. Chacun de ces coefficients est défini comme la somme de trois termes correspondant au produit d'une matrice avec la sensibilité du signal aux coefficients de Sakuma-Hattori (voir équations (3.7) et (3.8)). Chaque terme définissant cette somme est étudié séparément selon le coefficient de Sakuma-Hattori. Ces termes ainsi que la somme totale sont représentés dans la figure D.2 pour le premier coefficient de sensibilité $\partial S(T)/\partial T_1$.

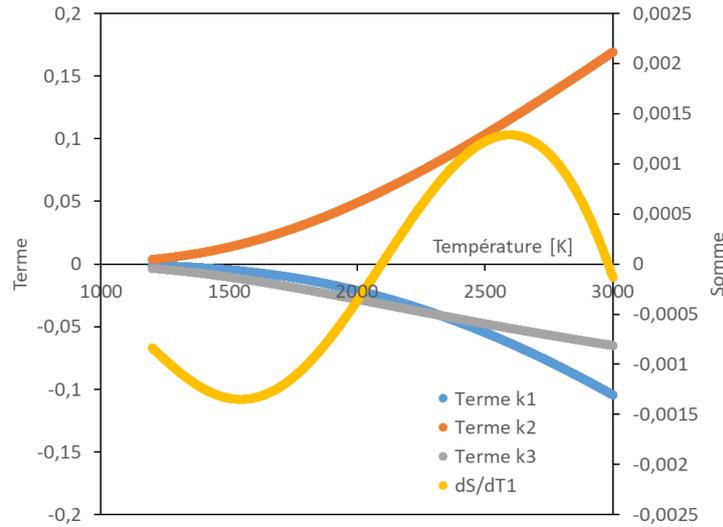


Figure D.2 : Détail de chaque terme du premier coefficient de sensibilité pour le premier point de température.

On peut constater que la forme en « cloche » du coefficient de sensibilité $\partial S(T)/\partial T_1$ est due à la somme de deux termes négatifs (terme k_1 et k_3) et d'un terme positif (terme k_2). Il a été constaté pour les autres coefficients de sensibilité que le terme k_2 est toujours de signe opposé aux deux autres termes. Cette dépendance n'est pas due aux sensibilités du signal aux coefficients de Sakuma-Hattori puisque celle-ci est toujours croissante avec la température. Les produits matriciels \mathbf{BH}^{-1} et \mathbf{CH}^{-1} sont donc responsables de la forme en « cloche » des coefficients de sensibilité. L'analyse de ces produits matriciels a montré que la structure de la matrice \mathbf{H}^{-1} est responsable de la forme en « cloche » de tous les coefficients de sensibilité. En effet l'inversion de la matrice \mathbf{H} conduit à une matrice \mathbf{H}^{-1} de la forme suivante :

$$\mathbf{H}^{-1} = \begin{bmatrix} + & - & + \\ - & + & - \\ + & - & + \end{bmatrix}, \quad (\text{D.9})$$

avec les signes + et – représentant le signe des coefficients de la matrice.

La structure de la matrice \mathbf{H}^{-1} explique donc que le terme k_2 de la figure D.2 est systématiquement de signe opposé aux termes k_1 et k_3 conférant une forme en « cloche » pour tous les coefficients de sensibilité représentés dans la figure D.1. Ceci est possible car l'amplitude de ces trois termes est équivalente, comme le montre la figure D.2.

La même analyse a été effectuée sur les coefficients déterminés lors de l'étalonnage sur corps noir avec treize points. Les formes des courbes et les conclusions associées sont identiques au cas détaillé ici pour un étalonnage sur trois points.

D.3 Expression des termes d'incertitudes en pyrorélectométrie

Dans cette annexe, les incertitudes sont toutes exprimées en K en fonction de la température T^* et à partir de l'équation (3.37).

L'expression du terme lié à la température des points d'étalonnage est :

$$u_{\text{étalonnage}, T_i}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda, \text{pyref}}} \right)^2 \cdot \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T_i} u_{T_i} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T} \right)^{-2}. \quad (\text{D.10})$$

L'expression du terme lié au signal des points d'étalonnage est :

$$u_{\text{étalonnage},S_i}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 \cdot \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial S(T)}{\partial S_i} u_{S_i} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial S(T)}{\partial T} \right)^{-2}. \quad (D.11)$$

L'expression du terme lié à la mesure du signal émis est :

$$u_{\text{signal},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 \cdot u_{\text{signal}}^2(T). \quad (D.12)$$

L'expression du terme lié à l'interpolation entre les points d'étalonnage est :

$$u_{\text{interpolation},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 \cdot u_{\text{interpolation}}^2(T). \quad (D.13)$$

L'expression du terme lié à l'émissivité de la cavité du système d'étalonnage est

$$u_{\text{émissivité},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 \cdot u_{\text{émissivité}}^2(T). \quad (D.14)$$

L'expression du terme lié à la transmission d'éventuels hublots est :

$$u_{\text{transmission},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial T_{\lambda,pyref}} \right)^2 \cdot u_{\text{transmission}}^2(T). \quad (D.15)$$

L'expression du terme lié à la mesure du signal réfléchi sur le matériau est :

$$u_{S_{\text{mesure}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{mesure}}}{\partial S_{\text{mesure}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{mesure}}^R}^2(T). \quad (D.16)$$

$$u_{S_{\text{mesure}}^R,T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{\text{mesure}}}{S_{\text{mesure}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{mesure}}^R}^2(T).$$

L'expression du terme lié à la mesure du signal émis par la photodiode sur le matériau est :

$$u_{S_{\text{mesure}}^{\text{PD}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{mesure}}}{\partial S_{\text{mesure}}^{\text{PD}}} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{mesure}}^{\text{PD}}}^2(T). \quad (D.17)$$

$$u_{S_{\text{mesure}}^{\text{PD}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{\text{mesure}}}{S_{\text{mesure}}^{\text{PD}}} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{mesure}}^{\text{PD}}}^2(T).$$

L'expression du terme lié au signal réfléchi à l'étalonnage relatif sur l'échantillon est :

$$u_{S_{\text{ech}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{mesure}}}{\partial K_{\text{ech}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{\text{ech}}}{\partial S_{\text{ech}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech}}^R}^2(T). \quad (D.18)$$

$$u_{S_{\text{ech}}^R,T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{\text{mesure}}}{S_{\text{ech}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech}}^R}^2(T).$$

L'expression du terme lié au signal émis par la photodiode à l'étalonnage relatif sur l'échantillon est :

$$u_{S_{\text{ech}}^{\text{PD}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{mesure}}}{\partial K_{\text{ech}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{\text{ech}}}{\partial S_{\text{ech}}^{\text{PD}}} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech}}^{\text{PD}}}^2(T). \quad (D.19)$$

$$u_{S_{\text{ech}}^{\text{PD}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{\text{mesure}}}{S_{\text{ech}}^{\text{PD}}} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech}}^{\text{PD}}}^2(T).$$

L'expression du terme lié au signal réfléchi à l'étalonnage absolu sur l'échantillon est :

$$u_{S_{\text{ech-et}},T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{mesure}}}{\partial K_{\text{ech}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{\text{ech}}}{\partial \rho_{\text{abs}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{\text{abs}}}{\partial S_{\text{ech-et}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech-et}}^R}^2(T). \quad (D.20)$$

$$u_{S_{\text{ech-et}}^R,T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{\text{mesure}}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{\text{mesure}}}{S_{\text{ech-et}}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{\text{ech-et}}^R}^2(T).$$

L'expression du terme lié au signal émis par la photodiode à l'étalonnage absolu sur l'échantillon est :

$$u_{S_{ech-et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial K_{ech}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial \rho_{abs}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial S_{ech-et}^{PD}} \right)^2 \cdot u_{S_{ech-et}}^2(T) \cdot$$

$$u_{S_{ech-et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{mesure}}{S_{ech-et}^{PD}} \right)^2 \cdot u_{S_{ech-et}}^2(T) \cdot$$
(D.21)

L'expression du terme lié au signal réfléchi sur l'étalon est :

$$u_{S_{et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial K_{ech}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial \rho_{abs}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial K_{et}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial S_{et}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{et}}^2(T) \cdot$$

$$u_{S_{et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{mesure}}{S_{et}^R} \right)^2 \cdot u_{S_{et}}^2(T) \cdot$$
(D.22)

L'expression du terme lié au signal émis par la photodiode sur l'étalon est :

$$u_{S_{et}^{PD}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial K_{ech}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial \rho_{abs}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial K_{et}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial S_{et}^{PD}} \right)^2 \cdot u_{S_{et}^{PD}}^2(T) \cdot$$

$$u_{S_{et}^{PD}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{mesure}}{S_{et}^{PD}} \right)^2 \cdot u_{S_{et}^{PD}}^2(T) \cdot$$
(D.23)

L'expression du terme lié à la réflectivité étalon est :

$$u_{\rho_{et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{mesure}}{\partial K_{ech}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{ech}}{\partial \rho_{abs}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial \rho_{abs}}{\partial K_{et}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\partial K_{et}}{\partial \rho_{et}} \right)^2 \cdot u_{\rho_{et}}^2(T) \cdot$$

$$u_{\rho_{et}, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \rho_{mesure}} \right)^2 \cdot \left(\frac{\rho_{mesure}}{\rho_{et}} \right)^2 \cdot u_{\rho_{et}}^2(T) \cdot$$
(D.24)

L'expression du terme lié à la longueur d'onde est :

$$u_{\lambda, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \lambda} \right)^2 \cdot u_{\lambda}^2(T) \cdot$$
(D.25)

L'expression du terme lié au facteur de diffusion est :

$$u_{\eta_d, T^*}^2(T) = \left(\frac{\partial T^*}{\partial \eta_d} \right)^2 \cdot u_{\eta_d}^2(T) \cdot$$
(D.26)

D.4 Budget d'incertitudes en pyrorélectométrie

Les résultats présentés dans cette annexe sont relatifs à l'évaluation des incertitudes présentées dans le paragraphe 5.2 du chapitre 3 pour le cas de réflectivité intermédiaire et de réflectivité élevée.

Le budget d'incertitudes est détaillé dans les tableaux D.1 et D.2 pour les réflectivités égales à 1 sr^{-1} et 6 sr^{-1} , où chaque terme d'incertitude est renseigné pour toutes les températures considérées.

Les bilans d'incertitudes pour la température de 2700 K sont présentés sous forme d'histogrammes dans les figures D.3 et D.4, où il est possible d'identifier les termes prépondérants du bilan d'incertitudes.

Les données indiquées ci-dessous sont toutes pour la longueur d'onde de $1,55 \mu\text{m}$, car elle conduit aux incertitudes de mesures les plus élevées.

L'incertitude sur la transmission d'éventuels hublots est zéro puisque l'étalonnage sur les cellules eutectiques est considéré ici, et que le seul hublot est présent à la fois lors de l'étalonnage et lors des mesures ultérieures.

	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Etalonnage, Ti	2,289	1,212	1,011	1,081	1,074
Etalonnage, Si	1,899	1,089	0,741	0,676	0,641
Interpolation	1,239	0,241	0,410	0,206	0,003
Signal	2,889	4,060	5,421	6,432	8,098
Emissivité	5,534	7,777	10,385	12,321	15,512
Transmission	0	0	0	0	0
S_{mesure}^R	5,256	7,422	9,964	11,868	15,041
S_{mesure}^{PD}	4,040	5,704	7,658	9,121	11,559
S_{ech}^R	7,896	11,149	14,968	17,829	22,595
S_{ech}^{PD}	3,663	5,172	6,944	8,271	10,482
S_{ech-et}^R	4,178	5,899	7,919	9,433	11,955
S_{ech-et}^{PD}	3,659	5,166	6,935	8,261	10,469
S_{et}^R	4,914	6,938	9,315	11,095	14,061
S_{et}^{PD}	4,054	5,725	7,685	9,154	11,601
ρ_{et}	3,496	4,936	6,627	7,894	10,004
Longueur d'onde	6,396	9,031	12,124	14,442	18,302
Facteur de diffusion	0,056	0,079	0,106	0,126	0,160
Totale	18	24	33	38	49

Tableau D.1 : Budget d'incertitude pour une réflectivité de $1 sr^{-1}$ et pour la longueur d'onde de $1,55 \mu m$.

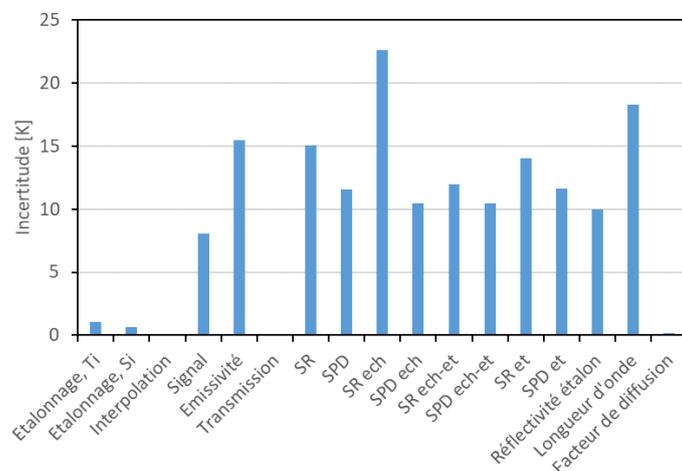
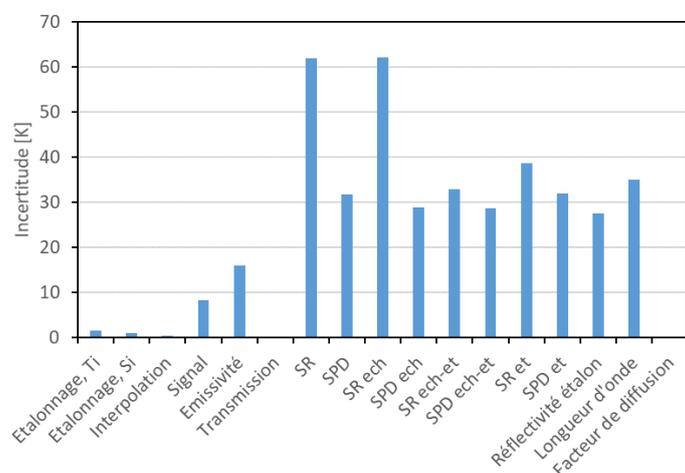


Figure D.3 : Bilan d'incertitudes pour la réflectivité de $1 sr^{-1}$ et pour la température de 2700 K.

	T= 1600 K	T= 1900 K	T= 2200 K	T= 2400 K	T= 2700 K
Etalonnage, Ti	3,776	2,327	1,504	1,354	1,467
Etalonnage, Si	2,999	1,999	1,345	1,106	0,970
Interpolation	3,270	0,688	0,416	0,602	0,424
Signal	2,936	4,140	5,551	6,605	8,357
Emissivité	5,624	7,931	10,633	12,654	16,010
Transmission	0	0	0	0	0
S_{mesure}^R	21,458	30,377	40,888	48,788	61,991
S_{mesure}^{PD}	10,987	15,555	20,937	24,982	31,743
S_{ech}^R	21,477	30,405	40,925	48,832	62,047
S_{ech}^{PD}	9,963	14,105	18,986	22,654	28,784
S_{ech-et}^R	11,363	16,087	21,653	25,836	32,828
S_{ech-et}^{PD}	9,951	14,088	18,962	22,626	28,749
S_{et}^R	13,365	18,921	25,468	30,388	38,612
S_{et}^{PD}	11,027	15,611	21,013	25,073	31,858
ρ_{et}	9,509	13,461	18,119	21,620	27,471
Longueur d'onde	12,115	17,151	23,085	27,545	34,999
Facteur de diffusion	0,105	0,149	0,201	0,240	0,305
Totale	45	63	85	101	128

Tableau D.2 : Budget d'incertitude pour une réflectivité de 6 sr^{-1} et pour la longueur d'onde de $1,55 \mu\text{m}$.Figure D.4 : Bilan d'incertitudes pour la réflectivité de 6 sr^{-1} et pour la température de 2700 K.

Annexe E : Modélisation électromagnétique

E.1 Obtention de l'expression de la puissance Joule en fonction du courant inducteur

Résolution de l'équation de l'induction : champ magnétique et densité de courant

L'expression de la puissance Joule en fonction du courant circulant dans l'inducteur donnée en (4.4) et (4.5) se détermine à partir de l'équation de Maxwell qui exprime le champ magnétique \underline{B} .

$$\Delta \underline{B} - \mu_0 \sigma_{charge} \frac{\partial \underline{B}}{\partial t} = 0. \quad (E.1)$$

Par projection selon l'axe \underline{e}_z on obtient :

$$\frac{1}{r} \frac{d}{dr} \left(r \frac{dB_z}{dr} \right) - i\omega \mu_0 \sigma_{charge} B_z = 0. \quad (E.2)$$

La solution générale de cette équation s'écrit :

$$B_z(r) = \underline{c}_1 J_0(\sqrt{-i\omega \mu_0 \sigma_{charge}} r), \quad (E.3)$$

avec J_n la fonction de Bessel de première espèce et d'ordre n , et \underline{c}_1 une constante complexe.

On utilise la notation suivante pour alléger les équations :

$$\underline{\rho}(r) = \sqrt{-i\omega \mu_0 \sigma_{charge}} r = -i^{3/2} \frac{\sqrt{2}}{\delta_{charge}} r, \quad (E.4)$$

et on définit $\underline{\rho}_e = \underline{\rho}(r_e)$ et $\underline{\rho}_i = \underline{\rho}(r_i)$.

En choisissant un sens de rotation horaire pour \underline{I}_{ind} , alors $B_z(r = r_e) = -\underline{B}_0$ et dans ce cas :

$$\underline{c}_1 = -\frac{\underline{B}_0}{J_0(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.5)$$

D'où :

$$\underline{B}_z(r) = -\underline{B}_0 \frac{J_0(\underline{\rho})}{J_0(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.6)$$

En appliquant l'équation de Maxwell-Ampère à l'équation (E.6), on obtient l'expression de la densité de courant \underline{j}_θ :

$$\underline{j}_\theta(r) = i^{3/2} \frac{\sqrt{2} \underline{B}_0}{\mu_0 \delta_{charge}} \frac{J_1(\underline{\rho})}{J_0(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.7)$$

Le courant électrique total généré par l'inducteur dans la charge \underline{I}_{charge} s'écrit :

$$\underline{I}_{charge} = \int_0^{h_{charge}} \int_{r_i}^{r_e} \underline{j}_\theta dr dz = \frac{h_{charge} \underline{B}_0}{\mu_0} \frac{J_0(\underline{\rho}_e) - J_0(\underline{\rho}_i)}{J_0(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.8)$$

Par combinaison des deux équations précédentes, la densité de courant \underline{j}_θ s'exprime en fonction du courant circulant dans la charge I_{charge} :

$$\underline{j}_\theta(r) = \frac{\underline{\rho}_e}{h_{charge} r_e} \frac{J_1\left(\frac{\rho}{r_e}\right)}{J_0\left(\frac{\rho_i}{r_e}\right) - J_0\left(\frac{\rho_e}{r_e}\right)} I_{charge}. \quad (E.9)$$

Théorie du transformateur : paramètres et application à la charge et à l'inducteur

Le courant circulant dans la charge doit maintenant être corrélé au courant circulant dans l'inducteur à partir de la théorie du transformateur proposée par Delage et Ernst [65] et appliquée au système inducteur – charge. En suivant cette théorie, l'inducteur correspond au côté primaire du transformateur et la charge correspond au côté secondaire. La charge est ensuite divisée en feuilles d'épaisseur infinitésimale dr , correspondant à une nappe de courant à une spire. La théorie du transformateur permet donc de relier le courant circulant dans l'inducteur au courant circulant dans la charge. Il est aussi possible d'appliquer la théorie du transformateur à la feuille située en $r = r_e$ en prenant en compte toutes les contributions électriques des autres feuilles de la charge.

On peut donc définir la résistance \mathcal{R}_{r_e} de la feuille r_e :

$$\mathcal{R}_{r_e} = \frac{2\pi r_e}{\sigma_{charge} h_{charge} dr}. \quad (E.10)$$

Le coefficient d'auto-inductance \mathcal{L} d'une boucle de courant s'écrit :

$$\mathcal{L} = \frac{\iint_S \mathbf{B} \cdot \mathbf{n} dS}{I} = \frac{\Phi}{S}, \quad (E.11)$$

où Φ correspond au flux magnétique à travers la surface S et I le courant électrique circulant la boucle à travers la boucle de courant. Dans le cas d'un solénoïde avec n spires de hauteur h_{ind} le champ magnétique théorique B_{th} généré à l'intérieur du solénoïde est :

$$B_{th} = \frac{\mu_0 n I}{h_{ind} K_{nag}}, \quad (E.12)$$

avec K_{nag} le coefficient de Nagaoka du solénoïde prenant en compte le rapport d'aspect.

En supposant que l'inducteur respecte la condition $2r_{cs,ind}/h_{ind} < 2.5$ [91] alors le coefficient de Nagaoka s'exprime pour une feuille quelconque r :

$$K_{nag,r} = 1 + 0.4502 \frac{2r}{h_{charge}}. \quad (E.13)$$

Pour la nappe de courant de l'inducteur, le coefficient de Nagaoka s'écrit :

$$K_{nag,ind} = 1 + 0.4502 \frac{2r_{cs,ind}}{h_{ind}}. \quad (E.14)$$

Les coefficients d'auto-inductance \mathcal{L}_{ind} et \mathcal{L}_{r_e} de la nappe de courant de l'inducteur et de la feuille r_e s'expriment donc selon l'équation suivante. Ces coefficients sont associés au flux propre d'un circuit définit par son champ magnétique propre et le courant qui le traverse.

$$\mathcal{L}_{ind} = \frac{\mu_0 \pi r_{cs,ind}^2 n^2}{h_{ind} K_{nag,ind}}, \quad \mathcal{L}_{r_e} = \frac{\mu_0 \pi r_e^2}{h_{charge} K_{nag,r_e}}. \quad (E.15)$$

Les coefficients d'induction mutuelle $\mathcal{M}_{ind,r}$ et \mathcal{M}_{r,r_e} entre l'inducteur et la feuille r et entre les feuilles r et r_e s'expriment selon l'équation suivante. Ces coefficients sont associés à l'influence du champ magnétique d'un circuit (l'inducteur par exemple) sur un autre circuit (la charge par exemple).

$$\mathcal{M}_{ind,r} = \frac{\mu_0 \pi r^2 n}{h_{ind} K_{nag,ind}}, \quad \mathcal{M}_{r,r_e} = \frac{\mu_0 \pi r^2}{h_{charge} K_{nag,r_e}}. \quad (E.16)$$

La théorie du transformateur est d'abord appliquée à la charge au niveau de la feuille r_e :

$$\underline{U}_{r_e} = \mathcal{R}_{r_e} \underline{j}_\theta(r_e) h_{charge} dr + i\omega \mathcal{M}_{ind,r_e} \underline{I}_{ind} + i\omega h_{charge} \int_{r_e}^{r_i} \mathcal{M}_{r,r_e} \underline{j}_\theta(r) dr = 0. \quad (E.17)$$

A partir des équations (E.9), (E.10) et (E.16), il est possible d'exprimer le courant \underline{I}_{charge} en fonction du courant inducteur \underline{I}_{ind} :

$$\underline{I}_{charge} = \frac{n \left(J_0(\underline{\rho}_e) - J_0(\underline{\rho}_i) \right) \underline{I}_{ind}}{K_{nag,ind} \left(\frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e} \right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e}} - \frac{2}{\underline{\rho}_e} J_1(\underline{\rho}_e) \right)} \frac{h_{charge}}{h_{ind}}. \quad (E.18)$$

La théorie du transformateur est ensuite appliquée à l'inducteur afin de déterminer une tension \underline{U} permettant d'accéder à la puissance transmise à la charge :

$$\begin{aligned} \underline{U}_{ind} &= \mathcal{R}_{ind} \underline{I}_{ind} + i\omega \mathcal{L}_{ind} \underline{I}_{ind} + i\omega h_{charge} \int_{r_e}^{r_i} \mathcal{M}_{ind,r_e} \underline{j}_\theta(r) dr, \\ \underline{U}_{ind} &= \mathcal{R}_{ind} \underline{I}_{ind} + i\omega \mathcal{L}_{ind} \underline{I}_{ind} + \underline{U}. \end{aligned} \quad (E.19)$$

La tension \underline{U} donne accès (à partir des équations (E.9), (E.16), (E.18) et (E.19)) à la puissance transmise à la charge et s'écrit sous la forme :

$$\underline{U} = - \frac{i\omega \mu_0 \pi n^2 r_e^2}{h_{ind} K_{nag,ind}^2} \frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e} \right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e} \left(\frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e} \right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e}} - \frac{2}{\underline{\rho}_e} J_1(\underline{\rho}_e) \right)} \frac{h_{charge}}{h_{ind}} \underline{I}_{ind}. \quad (E.20)$$

Expressions électromagnétiques : Densité de courant, champ électromagnétique et puissance Joule

A partir des équations (E.9) et (E.18) la densité de courant dans la charge s'exprime en fonction du courant inducteur :

$$\underline{j}_\theta(r) = - \frac{\underline{\rho}_e n}{h_{ind} r_e K_{nag,ind}} \frac{J_1(\underline{\rho}) \underline{I}_{ind}}{\frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e} \right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e}} - \frac{2}{\underline{\rho}_e} J_1(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.21)$$

Les équations (E.6), (E.8) et (E.18) permettent de déterminer l'expression du champ électromagnétique dans la charge en fonction de la position radiale, définie par $\underline{\rho}$ et du courant inducteur \underline{I}_{ind} :

$$\underline{B}_z(r) = \frac{\mu_0 n}{h_{ind} K_{nag,ind}} \frac{J_0(\underline{\rho}) \underline{I}_{ind}}{\frac{J_2(\underline{\rho}_e) - \left(\frac{r_i}{r_e} \right)^2 J_2(\underline{\rho}_i)}{K_{nag,r_e}} - \frac{2}{\underline{\rho}_e} J_1(\underline{\rho}_e)}. \quad (E.22)$$

La puissance Joule peut être calculée de deux manières différentes : à partir de la théorie du transformateur et à partir de la densité de courant.

La première puissance Joule est notée $\underline{P}_{J,1}$ et est déterminée à partir de la théorie du transformateur :

$$\underline{P}_{J,1} = -\frac{i\omega\mu_0\pi n^2 r_e^2}{h_{ind} K_{nag,ind}^2} \frac{J_2(\rho_e) - \left(\frac{r_i}{r_e}\right)^2 J_2(\rho_i)}{K_{nag,r_e} - \frac{2}{\rho_e} J_1(\rho_e)} \frac{h_{charge}}{h_{ind}} |I_{ind}|^2. \quad (E.23)$$

La deuxième puissance Joule est notée $\underline{P}_{J,2}$ et est déterminée à partir des densités de courant $\underline{j}_\theta(r)$ intégrées sur le volume de la charge cylindrique :

$$\underline{P}_{J,2} = \iiint_V \frac{\underline{j}_\theta \underline{j}_\theta^*}{2\sigma_{charge}} dV = \frac{\pi h_{charge}}{\sigma_{charge}} \int_{r_e}^{r_i} r \underline{j}_\theta \underline{j}_\theta^* dr. \quad (E.24)$$

Ces deux expressions sont équivalentes et conduisent au même résultat.

E.2 Modèle adimensionnel 0D

L'équation (4.26) est détaillée ici terme à terme à partir de l'équation (4.16).

Les pertes par rayonnement sont tout d'abord écrites en introduisant les grandeurs adimensionnelles définies dans le paragraphe 3.1.1.

$$Q_{rayonnement} = \epsilon\sigma_B S_{rayonnement} (T^4 - T_\infty^4) = \epsilon\sigma_B S_{rayonnement} (T^2 + T_\infty^2)(T + T_\infty)(T - T_\infty).$$

En remplaçant T par $T = \tilde{T}(T_{eq} - T_\infty) + T_\infty$, et avec $\varphi = \frac{T_\infty}{T_{eq} - T_\infty}$, on obtient :

$$Q_{rayonnement} = \epsilon\sigma_B S_{rayonnement} \frac{T_\infty^3}{\varphi^3} (\tilde{T}^3 + 4\varphi\tilde{T}^2 + 6\varphi^2\tilde{T} + 4\varphi^3)(T_{eq} - T_\infty)\tilde{T}. \quad (E.25)$$

On note $h_{ray} = \epsilon\sigma_B \frac{T_\infty^3}{\varphi^3} (\tilde{T}^3 + 4\varphi\tilde{T}^2 + 6\varphi^2\tilde{T} + 4\varphi^3)$, d'où :

$$Q_{rayonnement} = h_{ray} S_{rayonnement} (T_{eq} - T_\infty)\tilde{T}. \quad (E.26)$$

Les pertes par convection sont notées :

$$Q_{convection} = h_{conv} S_{convection} (T_{eq} - T_\infty)\tilde{T}. \quad (E.27)$$

Les pertes totales par rayonnement et par convection peuvent donc s'écrire :

$$Q_{rayonnement} + Q_{convection} = \tilde{h} h_{eff} (\tilde{T} = 1) S_{convection} (T_{eq} - T_\infty)\tilde{T}. \quad (E.28)$$

L'équation (4.26) peut donc s'écrire en introduisant les grandeurs adimensionnelles :

$$\tilde{C}_p(\rho C_p)|_{\tilde{T}=1} V \frac{(T_{eq} - T_\infty)}{t_{eq}} \frac{d\tilde{T}}{d\tilde{t}} = Q - \tilde{h} h_{eff} (\tilde{T} = 1) S_{convection} (T_{eq} - T_\infty)\tilde{T}. \quad (E.29)$$

En divisant l'équation E.29 par $h_{eff}(\tilde{T} = 1)S_{convection}(T_{eq} - T_{\infty})$, on obtient:

$$\widetilde{C}_p(\rho C_p)|_{\tilde{T}=1} \frac{V}{S_{convection}} \frac{1}{t_{eq} h_{eff}(\tilde{T} = 1)} \frac{d\tilde{T}}{d\tilde{t}} = \tilde{Q} - \tilde{h}\tilde{T}. \quad (E.30)$$

$$\widetilde{C}_p \frac{L_c^2 (\rho C_p)|_{\tilde{T}=1}}{t_{eq} k} \frac{k}{L_c h_{eff}(\tilde{T} = 1)} \frac{d\tilde{T}}{d\tilde{t}} = \tilde{Q} - \tilde{h}\tilde{T}, \quad (E.31)$$

avec $L_c = \frac{V}{S_{convection}}$.

Finalement, on retrouve l'équation (4.26).

$$\frac{\widetilde{C}_p}{Fo Bi} \frac{d\tilde{T}}{d\tilde{t}} = \tilde{Q} - \tilde{h}\tilde{T}, \quad (E.32)$$

avec $Fo = t_{eq} \frac{D}{L_c^2}$ le nombre de Fourier calculé pour $\tilde{T} = 1$, $D = \frac{k}{(\rho C_p)|_{\tilde{T}=1}}$ la diffusivité thermique et $Bi = \frac{h_{eff}(\tilde{T}=1)L_c}{k}$ le nombre de Biot.

E.3 Étude de sensibilité sur le modèle 0D

Le modèle considéré pour cette étude de sensibilité est détaillé dans les paragraphes 1.1 et 1.2 du chapitre 4. Les paramètres généraux considérés pour ce modèle sont donnés dans le tableau 4.2. La grille de calcul de l'étude de sensibilité est donnée dans le tableau 4.1.

Les résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres physiques, donnés dans le tableau 4.3 sous forme simplifiée, sont détaillés ici sous la forme de graphiques représentant l'évolution temporelle de la température. De même, les résultats de l'étude de sensibilité sur les paramètres géométriques, données dans le tableau 4.4 sous forme simplifiée, sont détaillées ici.

Le temps d'équilibre, calculé à 95% de la température d'équilibre, est représenté sous la forme d'une ligne verticale pointillée.

L'évolution temporelle de la température est donnée dans la figure E.1 pour l'étude de sensibilité sur les paramètres physiques, soit la masse volumique, la capacité thermique, l'émissivité, la conductivité électrique et la température à l'infini.

L'évolution temporelle de la température est donnée dans la figure E.2 pour l'étude de sensibilité sur les paramètres géométriques, soit le rayon et la hauteur de la charge considérée.

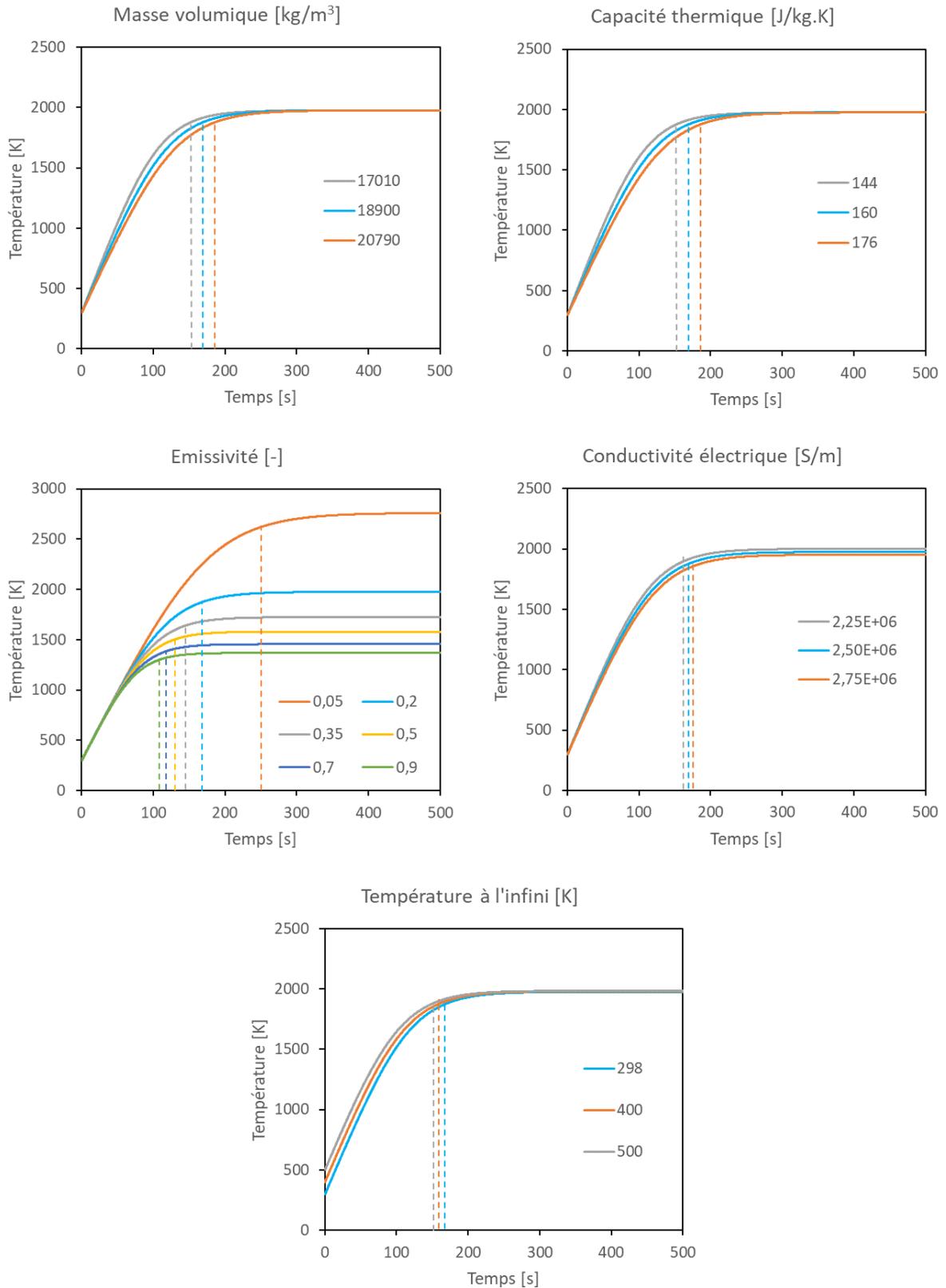


Figure E.1 : Etude de sensibilité du modèle OD sur les paramètres physiques.

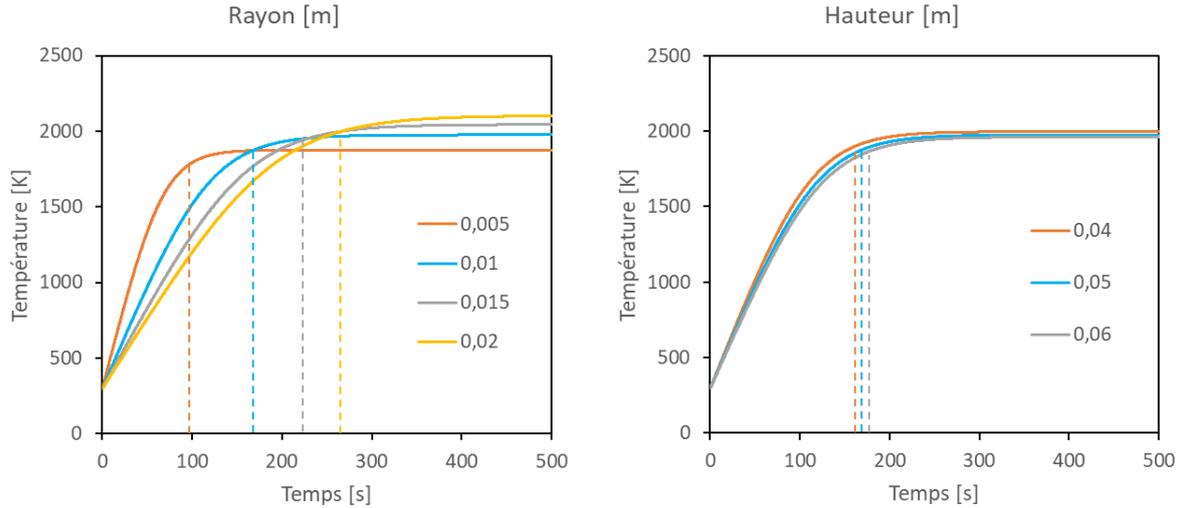


Figure E.2 : Etude de sensibilité du modèle OD sur les paramètres géométriques.

E.4 Ajout du changement de phase

Les expériences effectuées sur l'installation VITI mettent souvent en jeu la fusion de matériau (voir paragraphe 1.1 du chapitre 5). Afin de considérer ce changement de phase, le modèle semi-analytique, développé dans le paragraphe 2 du chapitre 4 est modifié par la prise en compte de la chaleur latente de fusion du matériau lors de la chauffe. Ce travail a fait l'objet d'un travail par Ali El Arabi dans le cadre d'un stage.

E.4.1 Modification du modèle

Le modèle adimensionnel et semi-analytique décrit précédemment dans le paragraphe 3.1 constitue le modèle de base. Ce modèle reste inchangé lorsque la charge considérée est entièrement solide ou liquide. Pendant la transition de phase et la présence simultanée de phases solide et liquide, la température reste constante. On considère en première approche une géométrie cylindrique comme décrit dans la figure 4.2.

La chaleur latente de fusion est notée L et sa valeur adimensionnelle notée \tilde{L} est décrite dans l'équation (4.31).

$$\tilde{L} = \frac{L}{C_p(T_{eq} - T_\infty)}. \quad (4.31)$$

L'équation de la chaleur (4.26) est modifiée pour prendre en compte la chaleur latente de fusion de la charge considérée :

$$\frac{\tilde{C}_p}{Fo Bi} \left(\frac{\partial \tilde{T}}{\partial \tilde{t}} (1 - \psi) + \psi \frac{\partial x_L}{\partial \tau} \tilde{L} \right) = \tilde{Q} - \tilde{h} \tilde{T}, \quad (4.32)$$

avec x_L la fraction de liquide et ψ une fonction indicatrice du changement de phase égale à 1 lors de la fusion, égale à 0 ailleurs.

Ce modèle intégrant le changement de phase est une première approche, pour laquelle des choix de modélisation ont été faits pour simplifier les calculs. Un premier choix consiste à supposer que le changement de phase s'effectue à température constante, ce qui n'est vrai que pour des corps purs

ou des compositions spécifiques, telles que des mélanges eutectiques (voir paragraphe 4.2 du chapitre 5). De plus, les mouvements thermohydrauliques au sein de la charge ne sont pas pris en compte, ce qui en pratique homogénéiserait la température. Dans le cas d'un chauffage par induction, des mouvements d'origine magnétohydrodynamiques sont susceptibles de se mettre en place au sein de la charge, même dans le cas d'un chauffage dit « indirect » où le champ magnétique résiduel ne serait pas nul.

Pour étudier le changement de phase, le matériau considéré pour ce calcul est du fer dont les propriétés à 1500K sont indiquées dans le tableau 4.9 pour le couplage faible.

Propriétés	Etat solide à 1500K	Liquide à 1811K
Masse volumique ρ [kg/m ³]	7200 [92]	7000 [93]
Capacité thermique C_p [J/kg.K]	650 [94, 95]	835 [94, 95]
Conductivité électrique σ [S/m]	$7,7 \cdot 10^5$ [96]	$6,7 \cdot 10^5$ [96]
Émissivité ϵ [-]	0,35 [83]	0,4 [83]
Température de fusion [K]	1811 [93]	
Chaleur latente de fusion [J/kg]	$2,47 \cdot 10^5$	

Tableau 4.9 : Propriétés thermophysiques du fer utilisées pour le calcul en couplage faible.

En couplage fort, les propriétés thermophysiques sont choisies dépendantes de la température, sauf pour l'émissivité dont les données de la littérature [83] ne montrent pas une variation significative.

La dépendance à la température de la masse volumique est donnée ci-dessous [92, 93] à l'état solide ρ_s et à l'état liquide ρ_l jusqu'à 2480K.

$$\begin{aligned} \rho_s &= 7985 - 0,3539 T \quad [kg/m^3], \\ \rho_l &= 7034,96 - 0,926 (T - 1811) \quad [kg/m^3]. \end{aligned} \quad (4.33)$$

La dépendance à la température de la capacité thermique est donnée ci-dessous [94, 95] à l'état solide C_{ps} et à l'état liquide C_{pl} .

$$\begin{aligned} C_{ps} &= 440,4 + 0,1606 T \quad [J/kg.K], \\ C_{pl} &= 835 \quad [J/kg.K]. \end{aligned} \quad (4.34)$$

La dépendance à la température de la conductivité électrique est donnée ci-dessous [82, 96] à l'état solide σ_s et à l'état liquide σ_l .

$$\begin{aligned} \sigma_s(T < 1100K) &= 6,543 \cdot 10^5 T^4 - 2,193 \cdot 10^{-1} T^3 + 2,775 \cdot 10^2 T^2 \\ &\quad - 1,614 \cdot 10^5 T + 3,884 \cdot 10^7 \quad [S/m], \\ \sigma_s(1100 < T < 1800) &= -3,553 \cdot 10^2 T + 1,307 \cdot 10^6 \quad [S/m], \\ \sigma_l(1800 < T < 3000K) &= 7,906 \cdot 10^5 - 69,92 T \quad [S/m]. \end{aligned} \quad (4.35)$$

Les propriétés thermophysiques de l'argon et les grandeurs liées à l'inducteur sont celles indiquées dans le tableau 4.2.

Des propositions d'améliorations du modèle sont données au paragraphe E.4.3.

E.4.2 Présentation des résultats

L'étude du modèle adimensionnel avec l'ajout du changement de phase a donc été réalisée en couplage faible et en couplage fort. L'objectif de ce modèle est de généraliser l'approche semi-analytique en s'intéressant à des groupes de paramètres. Le but de l'ajout de ce module de changement de phase est de prendre en compte la chaleur latente de fusion lors de la modélisation thermique de la charge solide amenée à fondre.

Le temps est adimensionné par rapport au temps d'équilibre calculé pour 95% de la valeur de la température à l'équilibre.

Cinq grandeurs adimensionnelles sont représentées en fonction du temps adimensionnel, à savoir la température \tilde{T} , le terme source \tilde{Q} , les pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$, la puissance nette \tilde{P} et la fraction de liquide x_l dans la charge. Les données en couplage faible sont représentées dans la figure E.3 et les données en couplage fort sont représentées dans la figure E.4.

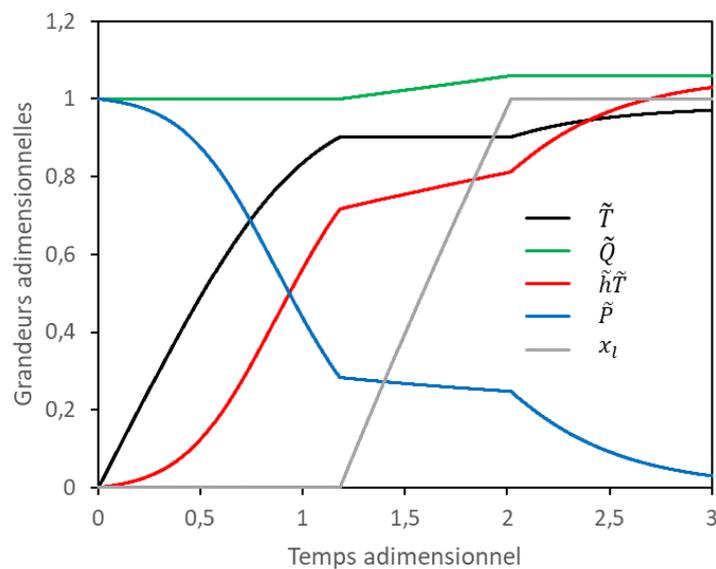


Figure E.3 : Grandeurs adimensionnelles pour le changement de phase en fonction du temps adimensionnel pour le couplage faible. Température \tilde{T} , terme source \tilde{Q} , pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$, puissance nette \tilde{P} et fraction liquide x_l .

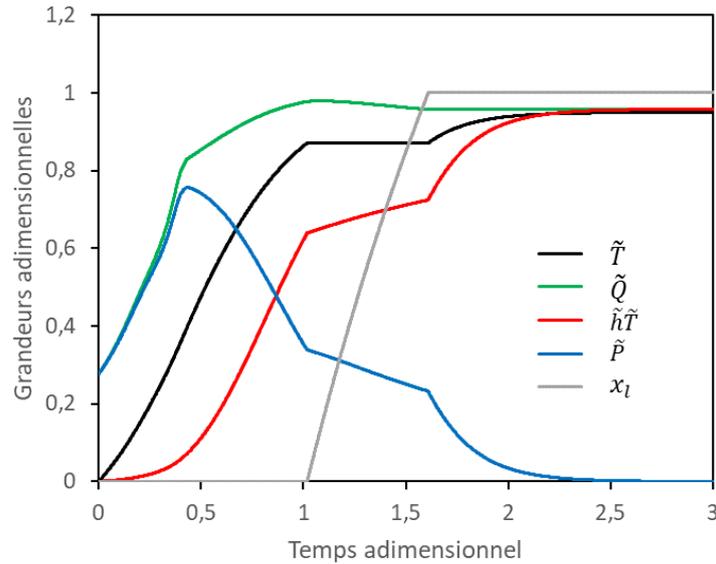


Figure E.4 : Grandeurs adimensionnelles pour le changement de phase en fonction du temps adimensionnel pour le couplage fort. Température \tilde{T} , terme source \tilde{Q} , pertes thermiques $\tilde{h}\tilde{T}$, puissance nette \tilde{P} et fraction liquide x_l .

En couplage fort, la puissance adimensionnelle \tilde{Q} évolue en raison de la dépendance à la température de la conductivité électrique de la charge, selon les différents régimes donnés dans l'équation (4.35). L'évolution des pertes thermiques est similaire entre le couplage faible et le couplage fort, puisqu'aucune dépendance de l'émissivité à la température n'a été prise en compte.

De la même façon que dans la figure 4.9, on peut noter la forme en cloche de la puissance nette résultant de la compétition entre les pertes thermiques et le terme source. Le maximum correspond aussi au point d'inflexion de la température, où le chauffage est le plus rapide.

Pendant la fusion, on observe que la température présente un plateau puisqu'on considère des corps purs uniquement dans ce modèle. On peut toutefois noter l'augmentation des pertes thermiques pendant la fusion, qui sont liées à l'augmentation de l'émissivité du liquide par rapport à celle du solide.

E.4.3 Perspectives et évolution du modèle

Le modèle adimensionnel avec le module de changement de phase est un modèle simplifié pouvant ainsi conduire à des approximations.

Pour cela, il pourrait être envisagé par la suite d'intégrer la possibilité de rendre compte du changement de phase sur des corps non purs, présentant des températures de solidus et liquidus distinctes. Les équations caractéristiques du changement de phase peuvent être trouvées sur les diagrammes de phases. Les propriétés thermophysiques associées devront aussi être renseignées pour tous les états envisagés.

Lorsque la charge est à l'état liquide, il serait envisageable d'ajouter un module thermohydraulique afin de quantifier le rôle des mouvements thermohydrauliques générés par les gradients de températures. Ces mouvements participent à homogénéiser la température et ainsi à réduire les gradients thermiques à l'échelle de la charge sous réserve d'un nombre de Rayleigh suffisant.

De plus, dans le cas d'un chauffage par induction, il est indispensable de considérer les mouvements magnétohydrodynamiques, si la charge est électroconductrice. Ces mouvements vont en effet agir sur la température de la charge et créer des zones plus ou moins hétérogènes thermiquement. Même

dans le cas d'un chauffage par induction indirecte (grâce à un suscepteur rayonnant vers la charge et jouant le rôle de cage de Faraday), il est possible que le champ magnétique résiduel soit suffisamment important pour engendrer des mouvements magnétohydrodynamiques.

Enfin, ce modèle étant un modèle 0D, il semble indispensable d'ajouter un module de changement de phase au modèle 2D. Ceci permettra de visualiser l'évolution de la fusion dans la charge en identifiant la première zone liquide et la dernière zone solide. Un modèle en 2D est aussi davantage pertinent dans le cas de l'ajout d'un module thermomagnétohydrodynamique. Dans le cas présent, le calcul de l'équilibre thermique ne sera pas affecté par l'ajout d'un tel module.

Modélisation et caractérisation de matériaux liquides à très haute température [1500 ; 2500 °C] par induction électromagnétique et pyrorélectométrie

Résumé : Une méthode est proposée pour l'optimisation des mesures dans le domaine des très hautes températures, de 1500 à 2500 °C, en vue d'une application à la recherche expérimentale sur les accidents graves de réacteurs nucléaires. Cette approche se déroule selon trois axes : méthode expérimentale de la pyrorélectométrie, évaluation analytique des incertitudes, modélisation numérique des configurations expérimentales. L'évaluation de la température d'un matériau liquide à très haute température par pyrométrie optique est directement liée à la connaissance de son émissivité. Pour certains matériaux ou sous certaines conditions, l'émissivité peut être connue. Cependant, dans la plupart des cas et d'autant plus pour des liquides, l'émissivité n'est pas connue et peut varier significativement, qui plus est en présence de phases hétérogènes. La pyrorélectométrie permet de prendre en compte ces contraintes grâce à la mesure simultanée de la réflectivité et du rayonnement thermique. Après étalonnage et des réglages très précis, le pyrorélectomètre fournit une température pyrorélectométrique estimant la température vraie. Ces mesures sont comparées à celles obtenues par pyrométrie bichromatique ainsi que sur des matériaux présentant des points de référence connus, comme des températures eutectiques. Des résultats originaux ont été obtenus jusqu'à 2500 °C par pyrorélectométrie sur des métaux et des oxydes liquides. Une évaluation détaillée des incertitudes de mesures a été effectuée sur les températures et les réflectivités, où l'impact important de l'incertitude due aux étalonnages en température et en réflectivité est mis en évidence. Les configurations expérimentales sont modélisées analytiquement et numériquement afin d'établir la cartographie thermique, prédire les consignes d'essais et déterminer la sensibilité des différents paramètres. Un modèle a été validé expérimentalement avec le pyrorélectomètre sur des matériaux solides. Une évolution de ce modèle vers des configurations en phase liquide peut être envisagée.

Mots-clés : Température, pyrorélectométrie, pyrométrie, métrologie, induction, matériau

Modelling and characterization of liquid materials at very high temperature [1500; 2500 °C] by electromagnetic induction and pyroreflectometry

Abstract: A method is proposed to optimize the measurements in the range of very high temperature, from 1500 to 2500 °C, in view of its application to nuclear reactors severe accident experimental research. This approach has been developed according to three topics: experimental method of pyroreflectometry, analytic evaluation of uncertainties, numerical modelling of experimental configurations. The temperature assessment of a liquid material at very high temperature by optical pyrometry is directly linked to the knowledge of its emissivity. For some materials or under some conditions, the emissivity may be known. However, in most cases and especially for liquids, the emissivity is not known and may vary significantly, especially in presence of heterogeneous phases. The pyroreflectometry allows to consider these constraints using simultaneous measurements of reflectivity and thermal radiation. After calibration and very fine settings, the pyroreflectometer delivers a pyroreflectometric temperature estimating the true temperature. These measurements are compared to those obtained by bichromatic pyrometry and on materials with specific reference points as eutectics. Original results have been obtained up to 2500 °C by pyroreflectometry on liquid metals and oxides. A detailed evaluation of uncertainties has been carried out on temperatures and reflectivities. The important impact of the uncertainty due to calibrations in temperature and reflectivity has been assessed. The experimental configurations are analytically and numerically modelled in order to establish the thermal cartography, to predict test instructions and to determine sensibility of different parameters. A model has been experimentally validated with the pyroreflectometer on solid materials. An evolution of this model towards configurations with liquid phases may be considered.

Keywords: Temperature, pyroreflectometry, pyrometry, metrology, induction, material